

PRZEMYSŁ CHEMICZNY

ROK X (33)

NR 10

PAŹDZIERNIK 1954

Treść

	Str.		Str.
Od redakcji	501	I. Bursztyn — Klejenie metali	524
H. Kubicki — Z pobytu w ZSRR	502	M. Koziński i J. Brzeziński — Dwucyjanodwuamid jako surowiec dla tłoczyw, cz. II	528
Z. Margulies — Produkcja bezwodnika kwasu ftalowego	505	A. Swinarski i O. Woyzbun — Warunki krystalizacji ortofosforanu jednosodowego	531
Z. Eckstein — Instytut Chemii Organicznej Akademii Nauk ZSRR	506	A. Korkuczański — Badania nad syntezą tymolu	534
J. Obłój — Z pobytu w NRD	508	Cz. Bełzecki i J. Lange — Efedryna	536
Z. Kotula — Z praktyki w Węgierskiej Republice Ludowej	510	R. Wojtas — O nowej oksydymetrycznej metodzie oznaczania drobnych ilości magnezu za pomocą oksychinoliny	540
W. Gumułka — O N-acetyloanilidzie kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego	510	ZE ŚWIATA	542
M. Grochowski — Chemoodporne organiczne tworzywa sztuczne na podstawie żywic fenolowo-formaldehydowych	513	KRONIKA	543
I. Bursztyn — Syntetyczne kleje do drewna	519	PRZEGLĄD DOKUMENTACYJNY CHEMII	



ORGAN MINISTERSTWA PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO I STOWARZYSZENIA INŻYNIERÓW
I TECHNIKÓW PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO W POLSCE

WYDAWNICTWO NACZELNEJ ORGANIZACJI TECHNICZNEJ

СОДЕРЖАНИЕ

CONTENTS

От редакции	501
Г. Кубицкий — Из практики в СССР	502
З. Маргулес — Продукция фталевого ангидрида	505
С. Экштайн — Институт Органической Химии Академии Наук СССР	506
И. Облуй — Из практики в Немецкой Демократической Республике	508
З. Котуля — Из практики в Венгерской Демократической Республике	510
В. Гумулка — N-ацетиланилид 2-гидрокси-3 нафтойной кислоты	510
М. Гроховский — Химически стойкие органические пластмассы на базе фенол-формальдегидных смол	513
И. Бурштын — Синтетические клеи для древесины	519
И. Бурштын — Склеивание металлов	524
М. Козинский и Я. Бжезинский — Дицианодиамида как сырье для прессовочных материалов, ч. II	528
А. Свилярский и О. Войзбун — Условия кристаллизации о-однозамещенного фосфорнокислого натрия	531
А. Коркучанский — Исследования по синтезу тимола	534
Ч. Белжецкий и Г. Лянэ — Эфедрин	536
Р. Войтас — Новый оксидиметрический метод определения оксихинолином небольших количеств магния	540
ЗА РУБЕЖОМ	542
ХРОНИКА	543

БИБЛИОГРАФИЯ

Editorial	P. 501
From the Scholarship in USSR — by H. Kubicki	502
Preparation of Phthalic Anhydride — by Z. Margulies	505
The Institute of Organic Chemistry of the Science Academy in USSR — by Z. Eckstein	506
From a Visit to Eastern Germany — by J. Oblój	508
From a Visit to Hungary — by Z. Kotula	510
2-Hydroxy-3-Naphtho-N-Acetyloanilide — by W. Gumułka	510
A Plastic Resistant to Chemicals on the Basis of Phenol-Formaldehyde Resins — by M. Grochowski	513
Synthetic Glues for Wood — by I. Bursztyn	519
The Glues for Metals — by I. Bursztyn	524
Dicyan Diamide as Raw Material for Mouldings Powders, Part II — by M. Koziński and J. Brzeziński	528
Conditions of Crystallization of Monosodium Orthophosphate — by A. Swinarski and O. Woyzbun	531
Investigation of Thymol Synthesis — by A. Korkuczański	534
Ephedrine — by Cz. Belzecki and J. Lange	536
A. New Oxidimetric Method of Determination of Small Amounts of Magnesium Using Oxyquinoline — by R. Wojtas	540
FROM THE WORLD	542
CHRONICLE	543

BIBLIOGRAPHY

WARUNKI PRENUMERATY

Prenumerata normalna

Kwartalna	27,—
Półroczna	54,—
Roczna	108,—

Zgłoszenia przyjmują wyłącznie urzędy pocztowe oraz listonosze w miejscach i miejscach. Termin zgłaszania prenumeraty upływa z dniem 10 każdego miesiąca poprzedzającego okres prenumeraty.

Pojedyncze zeszyty „Przemysłu Chemicznego“ można nabywać jedynie w Wydziale Zbytu Czasopism Technicznych NOT W-wa, Czackiego 3/5. Zakupu można dokonać osobiście względnie przesyłką pocztową po uprzednim wpłaceniu należności (za zeszyt i koszty przesyłki) na konto PKO W-wa, I-21338/113, z wyszczególnieniem opłaconych zeszytów. Cena pojedynczego numeru zł 9,— porto zł 0,45.

Prenumerata ulgowa

(1/2 ceny prenum. norm.)

Z prenumeraty ulgowej mogą korzystać członkowie stowarzyszeń technicznych NOT, członkowie klubów racjonalizacji i techniki oraz studenci szkół wyższych. Zgłoszenia (tylko zbiorowe) przez oddziały wojewódzkie NOT oraz koła naukowe studentów przyjmuje PPK „Ruch“, Warszawa, ul. Srebrna 12 Centralna Ekspedycja, po uprzednim wpłaceniu należności na konto PKO Nr I-14000/110.

PRZEMYSŁ CHEMICZNY

ORGAN MINISTERSTWA PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO I STOWARZYSZENIA INŻYNIERÓW I TECHNIKÓW PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO W POLSCE

KOMITET REDAKCYJNY: mgr Akerman Karol, inż. Axt Marian, prof. Bretsznajder Stanisław, prof. Świętosławski Wojciech, prof. Urbański Tadeusz, inż. Zieliński Wacław, inż. Głowacka Maria, inż. Szatański Bolesław

Adres Redakcji: Warszawa, ul. Foksal 18, tel. 6.85.84. Redaktor Naczelny inż. F. Wajngot
Administracja, Warszawa, ul. Czackiego 3/5, tel. 6.74.61.

CENA OGŁOSZEŃ. Cała strona 1.500.— zł, 1/2 strony 900.— zł, 1/4 strony 600.— zł, 1/8 strony 300.— zł

Nakł. 3.150 egz. Obj. ark. druk. 4,25. Pap. druk. sat. kl. V, 60 g, 86 × 122.
Oddano do składania 21.8.54. Podpisano do druku 20.10.54. Druk ukończono 25.10.54.
Drukarnia im. Rewolucji Październikowej, Warszawa. Zam. 1103c/54. 5-B-20751

PRZEMYSŁ CHEMICZNY

ORGAN MINISTERSTWA PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO I STOWARZYSZENIA INŻYNIERÓW
I TECHNIKÓW PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO W POLSCE

ROK X (33)

PAŹDZIERNIK 1954



Nr 10

Od Redakcji

Nazwy nowozbudowanych i urochomionych w okresie planu 6-letniego wielkich kombinatów i fabryk chemicznych zna dziś cały naród. Oświęcim-Dwory, „Rokita”, Jelenia Góra, Wizów, Gorzów, Kędzierzyn to realne symbole nowego wielkiego przemysłu chemicznego Polski Ludowej. Ale również w starych nazwach uprzednio już istniejących fabryk chemicznych tkwi obecnie inna treść niż dawniej. Dziś fabryki chemiczne w Tarnowie, Chorzowie, Mławach, Borku Fałęckim, Tomaszowie, Luboniu, lub nazwy „Boruta”, „Bonarka”, „Azot” oraz wiele innych oznaczają wielokrotnie większą niż przed wojną zdolność produkcyjną i produkcję, wielokrotnie bogatszy profil produkcyjny, znacznie nowocześniejsze urządzenia i technologie, większą wydajność pracy, lepszą organizację produkcji. Przy tym są one własnością całego narodu polskiego a nie międzynarodowego kapitału.

Ten wspaniały rozwój przemysłu chemicznego wymagał olbrzymich inwestycji, których realizacja oprzeć się musiała na dokładnej dokumentacji technicznej i technologicznej, wielkiej ilości maszyn i urządzeń (niejednokrotnie skomplikowanych i nie wykonywanych uprzednio w kraju) oraz na licznych i doskonałych kadrach fachowych. W okresie poprzedzającym plan 6-letni polski przemysł chemiczny wykazywał we wszystkich tych dziedzinach poważną słabość. Dotyczyło to również innych gałęzi przemysłu, od których uzależnione były inwestycje przemysłu chemicznego. Trudno wyobrazić sobie w jaki sposób zdołalibyśmy pokonać te trudności gdyby nie wszechstronna pomoc Związku Radzieckiego.

Polski przemysł chemiczny otrzymał ze Związku Radzieckiego pełną dokumentację techniczną i technologiczną dla licznych nowych obiektów inwestycyjnych, otrzymał też liczne maszyny i urządzenia produkcyjne nie budowane w kraju, a trudne do zamówienia w krajach kapitalistycznych wobec stosowanej przez nie dyskryminacji gospodarczej.

Jedną z najważniejszych jednak form pomocy radzieckiej przy rozbudowie przemysłu chemicznego w Polsce stanowi dostawa pełnych obiektów fabrycznych poczynając od dokumentacji technicznej i technologicznej a kończąc na kompletach urządzeń produkcyjnych i energetycznych.

Konkretnym przykładem takiej pomocy jest karbidownia w kombinacie Oświęcim — Dwory. Karbidownię tę buduje się na podstawie dokumentacji radzieckiej, a wielkie piece karbidowe należące do największych na świecie dostarcza również ZSRR.

Przykładów takich jest znacznie więcej. Choćby trzecia wielka fabryka sody będąca w toku budowy w okolicach Inowrocławia stanowi jeden ze wspomnianych już kompletnych obiektów fabrycznych dostarczanych przez ZSRR wraz z dokumentacją i wszystkimi urządzeniami podstawowymi. Podobny obiekt stanowi wielka fabryka opon samochodowych, której budowę rozpoczyna się w Płocku. Również poważna część urządzeń produkcyjnych dla amoniaku, kwasu azotowego i nawozów azotowych w wielkim kombinacie azotowym w Kędzierzynie dostarczana jest przez Związek Radziecki. To samo dotyczy wielkiej elektrowni powstającej w Tarnowie.

Na radzieckich dostawach dokumentacji i części urządzeń produkcyjnych opierało się wybudowanie i uruchomienie produkcji syntetycznego fenolu metodą sulfonacyjną w zakładach chemicznych w „Rokicie”. Dodać należy, że przed uruchomieniem tej produkcji liczny zespół techniczny polskich inżynierów i techników przeszedł praktykę w jednej z fabryk Związku Radzieckiego. Doskonałe metody szkolenia naszych fachowców w Związku Radzieckim opisuje w jednym z dalszych artykułów tegoż zeszytu inż. Henryk Kubicki, uczestnik takiego szkolenia.

Podobnie nasi specjaliści z przemysłu włókien sztucznych mieli możliwość zapoznania się z osiągnięciami Związku Radzieckiego w tym przemyśle, co umożliwiło wprowadzenie w na-

szym przemyśle włókien sztucznych licznych usprawnień technicznych i organizacyjnych.

Na wyższych uczelniach technicznych ZSRR kształcą się poważna ilość naszej młodzieży. Studiuje ona przeważnie te dziedziny przemysłu chemicznego, które w Polsce nie zostały jeszcze uruchomione lub w pełni opanowane, względnie nie posiadają dostatecznej ilości fachowców. W ten sposób kształcą się przyszłe kadry specjalistów dla produkcji syntetycznego kauczuku, nowych mas plastycznych itp.

Podając konkretne przykłady wydanej pomocy radzieckiej nie można pominąć zagadnienia dostaw samej dokumentacji technicznej. Dostawy te umożliwiają wykonanie w kraju szeregu urządzeń produkcyjnych i pozwalają na szybkie uruchomienie licznych nowych produkcji.

Przykładowo wymienić tu można następujące dokumentacje:

Superfosfat granulowany, którego produkcję uruchomiono w roku 1953.

Gameksan, wartościowy środek ochrony roślin. Na podstawie radzieckiej dokumentacji opracowuje się projekt dużej instalacji tego produktu.

Saletra amonowa granulowana. Na podstawie dokumentacji z ZSRR opracowane już zostały niektóre urządzenia dla saletry amonowej i saletrzaku w Kędzierzynie.

Dokumentacje techniczne otrzymywane ze Związku Radzieckiego umożliwiają, jak już wspomniano, szybkie uruchamianie odnośnych produkcji w kraju, zaoszczędzając nam one żmudne i niejednokrotnie długotrwałe badania i doświadczenia w instytucjach badawczych, na politechnikach oraz skracając czas potrzebny na opracowywanie pełnej dokumentacji. Poza tym jeszcze jedno poważne znaczenie posiadają dostarczane przez Związek Radziecki dokumentacje. Mianowicie są one opracowywane pod każdym względem doskonale i stanowią wartościowe wzory dla naszych biur projektowych w dziedzinie wielu rozwiązań technicznych i ekonomicznych. Ze względu na znacznie mniejsze doświadczenie naszych projektantów stanowi to ważny czynnik dodatkowej pomocy.

Wspomnieć również trzeba o znaczeniu jakie dla organizacji prac badawczych naszych instytucji posiadają wyjazdy polskich naukowców do ZSRR. Korzyści jednego z takich wyjazdów omawia dr Z. Eckstein w artykule zamieszczonym w tymże zeszycie.

Podkreślić również należy, że konsekwentna pokojowa polityka Związku Radzieckiego doprowadziła do daleko idącej współpracy wzajemnej wszystkich państw należących do obozu pokoju. Obok więc pomocy Związku Radzieckiego Polska korzysta przy rozbudowie przemysłu chemicznego również z pomocy innych krajów demokracji ludowej, a zwłaszcza Czechosłowacji, Węgier i NRD. Pomoc ta przejawia się w dostarczaniu dokumentacji dla niektórych nowych produkcji, jak również w dostawie pewnych maszyn i urządzeń; polega ona również na wzajemnej wymianie najważniejszych osiągnięć produkcyjnych, przyjmowania na praktyki obywateli krajów sąsiednich i na wspólnym przeprowadzaniu fachowych konsultacji. Opiera się ona na wzajemności, gdyż Polska również w podobny sposób pomaga tym bratnim krajom. Niektóre przykłady takiej współpracy z zagranicą omówione są w dalszych artykułach tego zeszytu naszego czasopisma.

Polski przemysł chemiczny ma jeszcze poważne zaległości w wykorzystaniu pomocy radzieckiej już udzielonej w formie dokumentacji dostaw itp.

Dla zapewnienia pełnego rozwoju polskiej chemii, należy nadrobić te zaległości i być gotowym do natychmiastowego wykorzystania bogatej literatury, nowych procesów, dokumentacji i przeszkolonych kadr, które płyną do nas ze Związku Radzieckiego.

Z pobytu w ZSRR

H. Kubicki

Pomoc i przykład ZSRR jest specjalnie ważna w rozwoju przemysłu chemicznego. Jest to bowiem dziedzina, która w Polsce przedwzrzesniowej znajdowała się „w powijakach”, nie obejmowała podstawowych gałęzi produkcji, oparta była na patentach monopolistycznych karteli i trustów niemieckich lub anglosaskich.

W tych warunkach rozwój przemysłu chemicznego w Polsce Ludowej pozbawiony poważniejszych wzorów i tradycji napotykał na ogromne trudności zarówno z uwagi na brak kwalifikowanych kadr, jak również przede wszystkim z uwagi na brak potrzebnej dokumentacji technicznej oraz technologicznej.

Trudności te były tym większe, że nie produkowaliśmy u nas wielu niezbędnych surowców i półproduktów, które docierały do Polski tylko w drodze importu.

Te ogólnie odczuwane trudności występowały dotkliwie w rozbudowie produkcji: fenolu syntetycznego, garbników syntetycznych, wielu środków ochrony roślin i innych.

Zadania postawione przed „Rokitą” przez plan 6-letni były bardzo poważne. Chodziło o uruchomienie podstawowych, zupełnie dotychczas w Polsce nieznanych gałęzi produkcji, co było konieczne w związku z ogólną rozbudową naszego przemysłu i uniezależnieniem się od importu z państw zachodnich.

Żałoga „Rokity” stanęła przed takimi zadaniami, jak uruchomienie produkcji: fenolu syntetycznego, garbników syntetycznych, wielu środków ochrony roślin i innych.

Istotne trudności nasuwało uruchomienie w tym czasie produkcji fenolu syntetycznego. Z uwagi na to, że fenol nie był nigdy w Polsce produkowany, brak było specjalistów w tej dziedzinie, a polska literatura naukowa ograniczała się w tym zakresie jedynie do opracowań podręcznikowych i wskazówek dla wytwarzania laboratoryjnego. Zagadnienie dokumentacji technicznej i technologicznej w zakresie produkcji fenolu w ogóle nie było podjęte.

W tej sytuacji uruchomienie tak poważnej produkcji surowca podstawowego dla całej gałęzi przemysłu garbnikarskiego, środków ochrony roślin, włókien syntetycznych itp. stała się zadaniem niezwykle trudnym.

Podjęcie najbardziej podstawowych, wstępnych badań trwałoby bardzo długo i nie dawałoby gwarancji znalezienia najbardziej racjonalnej drogi. Uniemożliwiłoby to przede wszystkim uruchomienie produkcji w terminach stawianych przez plan 6-letni, co oczywiście mogło wywołać poważne skutki w opóźnieniu rozwoju innych gałęzi produkcji.

W tej bardzo trudnej sytuacji nie zawiodła nas przyjaźń Związku Radzieckiego, gdy zwróciliśmy się z prośbą o dostarczenie nam dokumentacji technicznej, technologicznej, rysunków wykonawczych oraz podstawowych urządzeń, w tym całego wyposażenia w najnowocześniejsze urządzenia pomiarowo-kontrolne. Chemiccy radzieccy, pomimo olbrzymich zadań jakie stały przed nimi w odbudowie zniszczonego i rozbudowie nowego przemysłu, postanowili nam pomóc, aby w ten sposób można było dotrzymać terminu, na którym nam tak bardzo zależało.

Przesłana nam dokumentacja okazała się wzorem tego rodzaju prac. Sposób wykonania dokumentacji stał się przykładem dla krajowych biur projektowych. Dokumentacja zawierała osobne szczegółowe opracowanie dla każdego zagadnienia, a więc zarówno produkcyjnego, jak elektrycznego, budowlanego, wodno-kanalizacyjnego, pomiarowo-kontrolnego itp. Zagadnienia te w swojej części są przy tym rozpracowane bardzo szczegółowo i stanowią w pewnym sensie odrębną całość, zawierającą nie tylko wszelkiego rodzaju specyfikacje zbiorowe, ale także specyfikacje cząstkowe, które niezmiernie ułatwiają prowadzenie budowy.

Wszystkie rysunki, w tym rysunki zestawieniowe, zawierają wszystkie opisy, dane techniczne, odbiorcze itp.

Szczególną uwagę zwrócono na standaryzację oraz normalizację urządzeń i aparatów. Charakterystyczną rzeczą jest to, że wszystkie wazy, króćce, płynowskazy, reduktory obrotów itp. są bezwzględnie znormalizowane.

W oparciu o rysunki wykonawcze przystąpiliśmy do budowy w kraju tych aparatów, które mogły być zbudowane w naszych warunkach. O jakości dokumentacji świadczy fakt, że aczkolwiek aparaty te budowane były w Polsce po raz pierwszy, wyprodukowana aparatura działa bez zarzutu. Aparaty, które mogliśmy w kraju wyprodukować stanowią jednak jedynie znikomą część całości aparatury.

Związek Radziecki przysłał nam nie tylko zamówioną dokumentację, ale także znaczną część urządzeń produkcyjnych, w tym całkowite wyposażenie w najnowocześniejsze urządzenia pomiarowo-kontrolne.

Poza wysoką jakością przesłanych urządzeń, fachowców polskich uderzyła ich nowoczesność, w szczególności takich aparatów, jak na przykład: potencjometry elektronowe do pomiarów, wskazań i rejestracji temperatur, nowoczesna pompa nurnikowa do przesyłania 95% łuğu sodowego w temp. 300°C, nowoczesny zupełnie nieznanym reduktor obrotów z jednoczesnym podnoszeniem wału napędowego, silniki elektryczne kilkubiegowe i wiele, wiele innych urządzeń.

Należy wspomnieć, że wszystkie dostarczone urządzenia posiadały świadectwa odbioru, szczegółowe instrukcje montażowe, eksploatacyjne i naprawcze, świadectwa pracy próbnej, części zapasowe oraz zapasowe rysunki dla ewentualnych zamówień urządzeń tych potrzebnych w późniejszych terminach w kraju.

Przy tak opracowanych instrukcjach montaż, pomimo że miał być prowadzony przez ludzi stykających się z podobną instalacją po raz pierwszy, nie powinien sprawić poważniejszych kłopotów i trudności.

Chcąc jeszcze bardziej ułatwić montaż i rozruch oraz wprowadzić do instalacji te osiągnięcia, które opracowano w okresie między sporządzeniem dokumentacji a zbudowaniem aparatury, zaproponował nam Związek Radziecki przeszkolenie kilkusobowego zespołu polskich fachowców w jednym z analogicznych zakładów w ZSRR.

W związku z tym zaproszeniem znalazłem się w grupie młodych polskich techników w jednej z fabryk fenolu w moskiewskim okręgu przemysłowym, gdzie przebywaliśmy przez okres trzech miesięcy.

Wszystkich wrażeń, spostrzeżeń i doświadczeń nabytych w czasie naszego pobytu w ZSRR nie można oczywiście omówić w ramach krótkiego artykułu. Z tych względów ograniczę się do przedstawienia spostrzeżeń najważniejszych i to tylko w trzech dziedzinach:

- a) w zakresie wzbogacenia moich wiadomości fachowych,
- b) organizacji pracy,
- c) wrażenia z kontaktu z ludźmi radzieckimi, obserwacji ich stosunku do pracy, zakładu, załogi i ich życia codziennego.

Po przyjeździe na miejsce naszej praktyki z przyjemnością stwierdziliśmy, że nasi gospodarze byli jak najlepiej przygotowani do naszego przyjazdu i zawczasu pomyśleli o tym, aby nasz pobyt w ich fabryce był przez nas bardzo dobrze wykorzystany.

Kierownictwo fabryki uznało przy tym, że nie możemy poprzestać jedynie na wciągnięciu się do praktycznej strony produkcji, ale powinniśmy również pogłębić swoje kwalifikacje teoretyczne.

Kierując się tym przekonaniem jednemu z wysoko kwalifikowanych inżynierów zakładu powierzono zorganizowanie teoretycznego szkolenia naszej grupy. Szkolenie to prowadzone w wymiarze 200 godzin obejmowało następujące przedmioty: technologia i aparatura produkcji syntetycznego fenolu 65 godz., kontrola produkcji 20 godzin, urządzenia i ich eksploatacja 20 godzin, organizacja produkcji, normowanie techniczne i planowanie 20 godzin. Pozostałe 80 godzin przeznaczone były na organizację remontów, korozję metali, pracę i pracę, przodujące metody pracy, zagadnienia bezpieczeństwa i higieny pracy; transport i magazynowanie fenolu oraz potrzebnych surowców, instalacje wspomagające.

Wykłady na powyższe tematy prowadzili najlepsi fachowcy z dziedziny poszczególnych specjalności. Wykłady prowadzone były tak przystępnie, że chociaż nie wszyscy koledzy znali język rosyjski, każdy mógł zrozumieć wykładówce.

Jednocześnie nie zapomniano o szczegółowym zapoznaniu nas z praktyczną stroną produkcji fenolu. Specjalnie w tym celu delegowano innego inżyniera, głównego technologa zakładu, który zajął się praktyczną stroną naszego przeszkolenia.

Przeszkolenie to było podzielone na pewne stadia. Pierwsze stadium obejmowało szkolenie każdego z nas w zakresie pełnienia funkcji aparaturowego na wszystkich stacjach, przy czym każdy musiał poznać przed przystąpieniem szczegółową instrukcję BHP oraz instrukcję ruchową. Po dobrej znajomości

ści tych instrukcji mogliśmy samodzielnie obsługiwać aparaturę danej stacji.

Szkolenie na aparaturowego oddziału fenolu dla wszystkich stacji trwało 20 dni, czyli 160 godzin.

Drugie stadium to dublowanie mistrza zmiany. W tym okresie każdy z nas wyznaczony był na odpowiednią zmianę do pomocy majstrowi z tym jednak, że decyzja kierowania ruchem danego odcinka należała do nas. Okres tego szkolenia trwał 22 dni.

Trzecie stadium to okres dublowania kierownika zmiany i tak, jak poprzednio na odpowiednich zmianach, kierowaliśmy ruchem całej zmiany pomagając zmianowemu. Okres ten trwał 10 dni.

W tym samym okresie jeden z kolegów praktycznie zapoznawał się ze wszystkimi analizami, jakie są robione w zakładzie jak analizy surowców, analizy międzyoperacyjne, przy czym analizy wykonywał sam po kilka razy dla tego samego oznaczenia.

Inny kolega pracował w warsztacie przyrządów pomiarowo-kontrolnych, gdzie zapoznawał się z remontem i obsługą wszystkich istniejących aparatów pomiarowo-kontrolnych.

Należy wspomnieć, że koledzy, którzy przechodzili szkolenie ruchowe, też musieli znać przepisy kontroli laboratoryjnej zarówno dla surowców, jak i dla analiz międzyoperacyjnych.

W czasie teoretycznego i praktycznego szkolenia poznaliśmy w sposób dokładny i wszechstronny tę metodę produkcji, która miała być stosowana na naszym zakładzie.

Kierownictwo zakładów uznało jednak za stosowne zapoznać nas praktycznie z innymi metodami otrzymywania fenolu syntetycznego, z których dwie także były stosowane na tym zakładzie dla otrzymywania fenolu. Ponadto na zajęciach teoretycznych wyczerpująco omawiane były inne metody stosowane w Związku Radzieckim czy też w innych krajach.

Przekonywujące wykłady towarzyszy radzieckich wykazały, że właściwie metodą, którą mieliśmy zastosować w naszych zakładach, przy pewnych modyfikacjach okazuje się najbardziej racjonalną, mimo że jest metodą dawną.

Zakres naszego szkolenia jest dobitnym przykładem tego, jak w Związku Radzieckim traktuje się przygotowanie fachowców. Uważa się, że kwalifikacje fachowca nie mogą być jednostronne i wąskie, ale powinny obejmować możliwie całość problemu.

Gdy kiedyś w dyskusji wykazaliśmy zainteresowanie metodą otrzymania jednego z półproduktów chemicznych, który nie był wytwarzany w tej fabryce lecz w innych, odległych zresztą zakładach, towarzysze radzieccy w przeciągu tygodnia uzyskali dla nas potrzebną dokumentację tej metody i dostarczyli ją nam.

Do szkolenia systematycznie pogłębianego przywiązuje się w Związku Radzieckim olbrzymią wagę, jest ono zresztą prowadzone bardzo rzeczowo i interesująco. Wymagany jest przy tym poważny stosunek uczestników szkolenia do zajęć. Świadczy o tym między innymi organizowanie na zakończenie szkolenia komisyjnego egzaminu o dużych wymaganiach, przy czym komisja egzaminacyjna bierze odpowiedzialność za dopuszczenie danego absolwenta do tego czy innego stanowiska.

Egzamin taki zdawaliśmy i my, a nawet uzyskaliśmy odpowiednie zaświadczenie uprawniające nas do kierowania zmianą wytwórną.

Podkreślić trzeba, że szkolenie na różnych poziomach jest prowadzone stale i obejmuje właściwie wszystkich pracowników zakładu, przy czym poszczególne kategorie pracowników mają oczywiście w różnym zakresie obowiązkowe egzaminy co pewien stały okres. Wyniki egzaminów mają istotnie wpływ na awansowanie pracowników, względnie selekcjonowanie nie nadających się i przenoszenie ich na odcinki mniej odpowiedzialne.

Ogromnie dużo nauczyliśmy się na odcinku organizacji pracy, która w naszych warunkach przedstawia wiele do życzenia, a w Związku Radzieckim postawiona jest naprawdę wzorowo.

Poniżej przedstawiony jest typowy schemat organizacyjny oddziału produkcyjnego.

Stanowiska określone schematem mają ściśle ustalone kompetencje, tak że każda sprawa załatwiana jest bardzo szybko, gdyż nie powstają wątpliwości kompetencyjne. Odpowiedzialny pracownik podejmuje decyzję w swoim zakresie

zupełnie samodzielnie bez uzgodnienia i odwoływania się do czynników nadrzędnych.

Olbrzymią rolę w organizacji pracy odgrywają zagadnienia bezpieczeństwa i higieny pracy. Pierwszą czynnością, jaką nam zlecono przed wstąpieniem na teren fabryki, było dokładne zapoznanie się ze świetnie opracowaną instrukcją bezpieczeństwa i higieny pracy. Ponadto każde stanowisko pracy posiada wyczerpującą, a mimo to bardzo krótką i przejrzystą instrukcję ruchową ze szczególnym uwzględnieniem problematyki bezpieczeństwa i higieny pracy.

Wielką rolę przywiązuje się do konserwacji aparatury. Poza stworzeniem materialnych bodźców przez ustanowienie odpowiednich premii za należytą konserwację, zagadnienie to posiada oddzielną organizację. Prowadzi się szczegółową ewidencję i metryki aparatów — swego rodzaju „karty chorobowe” aparatury, w których notuje się systematycznie wszelkie naprawy i remonty z uwzględnieniem zakresu naprawy, zużytych materiałów oraz skuteczności dokonanej czynności. Ma to znaczenie podwójne: nie tylko ułatwia stworzenie specjalnego harmonogramu poszczególnych rodzajów remontów, nie tylko ułatwia prowadzenie tych remontów, ale umożliwia również dzięki długotrwałej obserwacji wysunięcie wniosków dotyczących usprawnień konstrukcyjnych, zastosowania nowych tworzyw itp.

Podstawową zasadą organizacji pracy w zakładzie jest planowość, przy czym plan dotyczy nie tylko zadań miesięcznych czy tygodniowych, ale obejmuje także zadania dobowe.

Plan ten jest bardzo szczegółowy i skrupulatnie przestrzegany.

Przekroczenie planu jest oczywiście wielkim zadaniem całej załogi i poszczególnych pracowników, nie może ono jednak pociągnąć za sobą przekroczenia kosztów własnych, ani też naruszenia ustalonego minimum wytwarzania produktu pierwszej jakości. Przekroczenie planu z naruszeniem tych warunków jest nie zasługą, ale wadą pracowników.

Na równi z walką o przekroczenie planu stawia się walkę o obniżenie kosztów własnych i walkę o produkcję najlepszej jakości.

W tym celu stwarza się odpowiednie bodźce materialne w postaci specjalnego systemu premiowania i zapłaty, który to system jest tak pomyślany, aby każdy pracownik materialnie był zainteresowany planem, obniżką kosztów własnych i produkcją pierwszej jakości.

Stosuje się ponadto inne środki, z których duże znaczenie ma organizowanie tak zwanego „szkolenia współzawodnictwa”. Szkolenie to polega na tym, że najlepsi pracownicy na danym odcinku wyróżniający się wynikami w różnych dziedzinach (jak np. jedni w obniżaniu kosztów własnych, drudzy w osiąganiu wysokiej procentowo produkcji pierwszego gatunku, czy też w wysokim przekroczeniu planu) wymieniają pomiędzy sobą doświadczenia i w ten sposób umożliwiają sobie wzajemnie podnoszenie wyników jednocześnie we wszystkich trzech powyższych dziedzinach.

W celu zmniejszenia do minimum płynności kadr wprowadzone są bardzo wysokie dodatki pieniężne za wysługę lat w danej gałęzi przemysłu.

Dodatki te wypłacane są raz w ciągu roku i wynoszą np. po 20 latach pracy 30% zarobku rocznego brutto.

Na równi z planowością zwraca się uwagę na sprawozdawczość, która jest dokładna i szczegółowa, a mimo to bardzo prosta, (np. na zrobienie bilansu produkcyjnego za dobę czy za zmianę wystarczy 2—3 godz.). W takich warunkach niewykonanie planu za zmianę jest wiadome prawie natychmiast.

Narady produkcyjne są codziennym zjawiskiem, odbywają się na każdej zmianie, przy czym zarówno narady jak i odprawy są bardzo krótkie, szczegółowe i rzeczowe, nie przekraczają z reguły 15 min.

W zakładzie na każdym kroku panuje świadoma dyscyplina pracy.

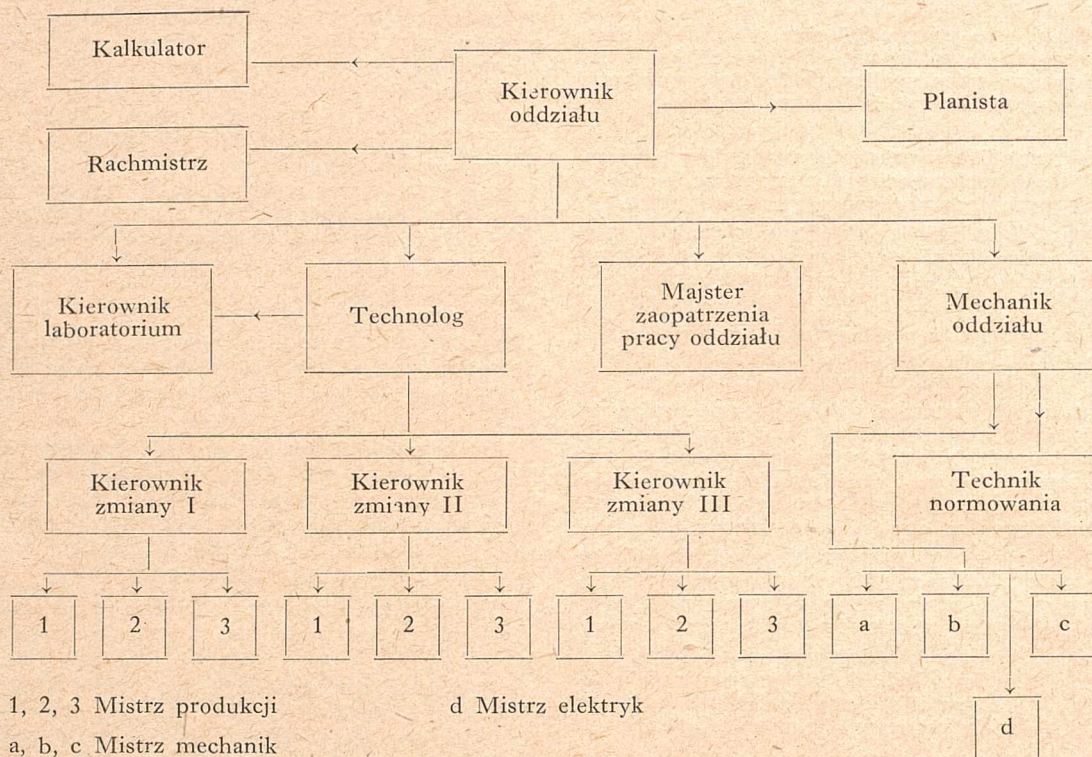
Nic więc dziwnego, że tak doskonała organizacja pracy doprowadziła do tego, że awarie są w zakładzie wydarzeniem wyjątkowym, np.: w czasie naszego trzechmiesięcznego pobytu w zakładzie nie byliśmy świadkami żadnej poważnej awarii, natomiast drobne uszkodzenia były likwidowane tak szybko, że właściwie nie odczuwało się ich w produkcji.

Największe wrażenie robili jednak na nas ludzie radziecy. Na zawsze zostaniemy pod wrażeniem niezwyklej serdeczności i bez przesady braterskiej przyjaźni. Niezwykła serdeczność, niezwykle gościnność uderzyła nas od pierwszej chwili pobytu w ZSRR.

Nasi gospodarze zrobili wszystko, aby jak najlepiej zorganizować nam i uprzyjemnić pobyt.

Obok wspomnianych już specjalnych opiekunów, którzy zajmowali się szkoleniem teoretycznym i praktycznym, delegowano dla naszej grupy specjalnego pracownika, który zajmował się stroną socjalno-bytową w czasie naszego pobytu.

Możemy to stwierdzić na przykładzie montażu i rozruchu działu fenolu w „Rokicie”. Rozpoczęcie produkcji fenolu metodą zastosowaną w „Rokicie” przygotowywane było w Polsce po raz pierwszy. Mimo to mogliśmy montaż i rozruch zakończyć bez trudności i strat i już w pierwszym miesiącu rozruchu chemicznego dać 50% zaplanowanej produkcji pierwszej jakości, co jest równoznaczne z wydajnością aparatury przewidzianej przez dokumentację. Możliwe to było dzięki doświadczeniu nabytemu w czasie naszego pobytu w ZSRR i dzięki ekspertom radzieckim, którzy zostali delegowani ze Związku Radzieckiego by służyć nam radą i pomocą.



Wszędzie byliśmy przyjmowani niezwykle serdecznie.

W czasie praktyki w różnych działach zakładu stykaliśmy się wszędzie z wielką życzliwością, towarzysze radziecy dosłownie prześcigali się w wyjaśnieniach różnych zagadnień. Starano się przekazać nam jak najwięcej doświadczeń w szczególności z zakresu montażu i rozruchu tamtejszych zakładów, przestrzegając nas przed ewentualnymi awariami lub trudnościami, które mogłyby nastąpić u nas.

W rozmowach wyczuwaliśmy, że sprawa uruchomienia produkcji fenolu w naszych zakładach obchodzi wszystkich pracowników zakładu radzieckiego i dobre przygotowanie nas do montażu i rozruchu jest sprawą ich ambicji.

Niemniej serdecznie ustosunkowywano się do nas w czasie towarzyskich spotkań, wzajemnych odwiedzin, wspólnych wycieczek i spacerów.

Pomimo, że byliśmy tak krótko, bardzo zaprzyjaźniliśmy się z całą załogą, czuliśmy się jak wśród prawdziwych przyjaciół.

Towarzysze radzieccy imponowali nam pod wieloma względami, przede wszystkim wspaniałym stosunkiem do pracy pełnym poświęcenia, zapału, zdyscyplinowania, wytrwałości, ustawicznym podnoszeniem swych kwalifikacji, koleżeńskim współżyciem.

Wyjeżdżając do kraju w pełni zrozumieliśmy, że przyjaźń, pomoc i przykład Kraju Rad ma olbrzymie znaczenie dla budownictwa socjalizmu w naszym kraju.

Drugi miesiąc przyniósł nam prawie 100% zdolności produkcyjnej.

Był to sukces na nasze warunki bardzo duży — osiągnięcie jego było możliwe dzięki wprowadzeniu na nasz zakład doświadczeń nabytych w ZSRR, z których najważniejsze to:

- 1) Opracowanie szczegółowych instrukcji ruchowych i BHP dla poszczególnych stanowisk.
- 2) Przeszkolenie teoretyczne całej przyszłej załogi i przegaminowanie jej.
- 3) Wprowadzenie nowej struktury organizacyjnej.
- 4) Wprowadzenie planowości i sprawozdawczości.
- 5) Wprowadzenie szczegółowych kart operacyjnych dla wszystkich stanowisk.
- 6) Opracowanie i wprowadzenie nowego systemu wynagrodzenia.
- 7) Wprowadzenie stałych odpraw i narad personelu inżynierjno-technicznego i całej załogi.

Wszystkie te zmiany i ulepszenia były wprowadzane za zgodą i poparciem czynników nadrzędnych, które przywiązywały wielką wagę do maksymalnego wykorzystania doświadczeń radzieckich.

Produkcja bezwodnika kwasu ftalowego

(Wykorzystanie doświadczeń CSR)

Z. Margulies

ZPA Kędzierzyn

Założony w planie 6-letnim jak również w planie na lata 1956—60 rozwój wielkiej syntezy organicznej przewiduje również produkcję bezwodnika kwasu ftalowego, opartego na naftalenie jako bazie surowcowej.

Opanowanie i rozbudowę tej produkcji umożliwia stale powiększająca się ilość otrzymywanego w kraju naftalenu, a przede wszystkim szerokie zastosowanie bezwodnika kwasu ftalowego, który jest półproduktem dla całego szeregu nadzwyczaj cennych syntez organicznych. Produkcja bezwodnika kwasu ftalowego pozwoli zerwać z dotychczasową praktyką eksportu surowca i importu produktów jego przerobu, charakterystyczną dla krajów słabo uprzemysłowionych, co przy uwzględnieniu około 6-krotnie wyższej ceny bezwodnika kwasu ftalowego w porównaniu do naftalenu ma duże znaczenie gospodarcze.

Bezwodnik kwasu ftalowego używany jest do produkcji żywic alkidowych i poliwinylowych, szeregu zmiekczaczy, jako półprodukt przy produkcji barwników, w przemyśle farmaceutycznym jako surowiec przy otrzymywaniu kwasu benzoowego. Ten szeroki zakres jego zastosowania powoduje stały wzrost produkcji światowej, która np. w 1953 r. wynosiła w USA ponad 150.000 ton, z czego około 95% oparte było na przerobie naftalenu.

U nas bezwodnik kwasu ftalowego będzie przede wszystkim półproduktem dla produkcji ftalanu dwubutylu i ftalanów alkoholi tłuszczowych $C_4 - C_6$ i $C_7 - C_9$ oraz dla wyrobu syntetycznych lakierów mających w dużym stopniu wyeliminować zużycie deficytowego oleju lnianego.

Utlennienie naftalenu do bezwodnika kwasu ftalowego prowadzone było dawniej w fazie ciekłej przy użyciu drogich utleniaczy jak kwas chromowy lub azotowy, względnie później kwas siarkowy w obecności soli rtęci (Patent Badische Anilin und Sodafabrik). Metody te zostały wyparte przez o wiele ekonomiczniejsze utlenienie naftalenu w fazie gazowej tlenem powietrza przy użyciu katalizatora wanadowego. Dobre wydajności (około 82% teoretycznej) i duże potanieńnię produkcji zadecydowały o tym, że mimo trudności prowadzenia reakcji i ewentualnych możliwości wybuchu względnie pożaru, proces w fazie gazowej jest obecnie powszechnie stosowany.

Budowany oddział bezwodnika kwasu ftalowego oparty jest na projekcie wstępnym otrzymanym ze Związku Radzieckiego, który umożliwił Gliwickiemu Biuru Projektów opracowanie dokumentacji technicznej, jak również przeprowadzenie przez zakłady szeregu prac na instalacji półtechnicznej. Dużą pomocą w opanowaniu procesu technologicznego było również umożliwienie naszym inżynierom odbycia praktyki w CSR w fabryce bezwodnika kwasu ftalowego, która wskazała szereg możliwości dalszego potanieńnięcia produkcji, uproszczenia aparatury i zapewnienia bezawaryjności ruchu. Uzyskane w CSR doświadczenia częściowo już stosujemy, a częściowo rozpracowujemy na instalacji półtechnicznej.

Opis procesu technologicznego i wyniki uzyskane na półtechnice

Naftalen stopiony w topniku (1) przetłaczany jest poprzez filtr (2) do zbiornika naporowego (4), skąd spływa do odparowywacza (6), gdzie miesza się z ściśle określoną ilością powietrza. Pary naftalenu i powietrza przechodzą następnie przez rurki reaktora (7), wypełnione katalizatorem, gdzie następuje utlenienie naftalenu do bezwodnika kwasu ftalowego. Ciepło reakcji, wynoszące w praktyce do 5.500 kal/kg naftalenu (ciepło reakcji utlenienia naftalenu + ciepło reakcji częściowego zupełnego spalania), odbierane jest przy pomocy kąpieli saletrzanej. Wychodzące z reaktora pary bezwodnika kwasu ftalowego kondensują w skrzyniach blaszanych (9) i w efekcie otrzymuje się surowy bezwodnik kwasu ftalowego, który po następnej rafinacji i destylacji próżniowej daje produkt handlowy o wysokiej czystości 99,5 — 99,7% i temperaturze topnienia 130 — 130,5°C.

Wydajność procesu na instalacji półtechnicznej wynosiła około 60% wydajności teoretycznej. Przypuszczamy, że na instalacji technicznej przy bardziej precyzyjnych aparatach i po usunięciu szeregu błędów, które wykazała półtechnika, potrafimy podnieść wydajność do założeń projektowanych i danych z literatury, tj. do około 80% wydajności teoretycznej.

Opisany wariant katalitycznego utlenienia naftalenu, którego cechą charakterystyczną jest użycie jako katalizatora V_2O_5 na żelu krzemowym i dużego stosunkowo nadmiaru powietrza reakcyjnego, zmniejsza niebezpieczeństwo miejscowego przegrzania katalizatora w rurkach reaktora, pozwala na stosowanie większych ich średnic, nie wymaga wysokiej temperatury prowadzenia reakcji i tym samym zmniejsza ilość naftalenu ulegającego spalaniu do CO_2 .

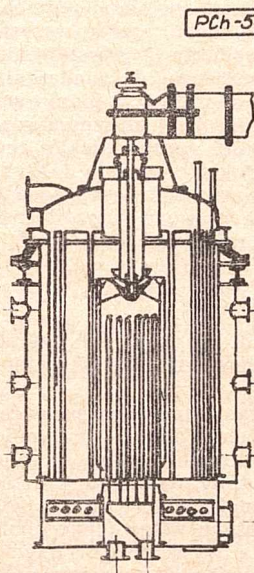
Założeniem pracy na instalacji półtechnicznej poza znalezieniem właściwych parametrów procesu, dobraniem najodpowiedniejszych aparatów i przyrządów pomiarowych, przeprowadzeniem wstępnych bilansów materiałowych, cieplnych i energetycznych było przede wszystkim opracowanie właściwego katalizatora.

Należy zaznaczyć, że przy produkcji bezwodnika kwasu ftalowego katalizator winien odpowiadać wysokim wymaganiom. Katalizator przede wszystkim musi wykazywać dużą aktywność przy jednoczesnej dużej selektywności, która powoduje zredukowanie do minimum reakcji ubocznych, jak np. utlenienie naftalenu do bezwodnika kwasu maleinowego, α i β naftochinonu, kwasu benzoowego lub też spalanie naftalenu do CO_2 i H_2O . Prócz tego warunku zasadniczego ważny jest

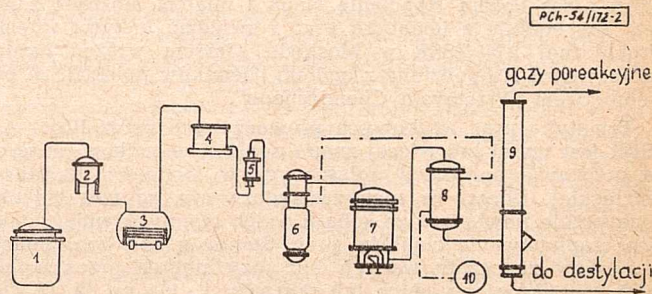
jeszcze długi okres pracy w warunkach produkcyjnych (tj. przy wahaniami temperatury i obecności zanieczyszczeń), odpowiednia wielkość ziarna zabezpieczająca wysoki współczynnik wykorzystania powierzchni i dobra wytrzymałość mechaniczna.

W oparciu o dokumentację radziecką katalizator został opracowany w Zakładach Przemysłu Azotowego w Kędzierzynie i mimo pewnych jeszcze braków (niedostateczna wytrzymałość mechaniczna) nadaje się do prowadzenia procesu utlenienia naftalenu.

W dotychczasowej pracy na instalacji półtechnicznej stwierdzono:



Rys. 1 — Reaktor



Rys. 2 — Schemat produkcji surowego bezwodnika kwasu ftalowego
1. Topnik, 2. Filtr, 3. Zbiornik naftalenu, 4. Zbiornik naporowy, 5. Rotametr, 6. Odparowywacz, 7. Reaktor, 8. Wymiennik, 9. Kondensator, 10. Kompresor

a) Przy obciążeniu katalizatora w granicach 34 — 36 gramów naftalenu na litr katalizatora na godzinę przy temperaturze prowadzenia reakcji 380 — 390°C otrzymuje się produkt o czystości około 90 — 92% i temperaturze topnienia 128 — 129°C.

b) Stosunek parnaftalenu do powietrza wynosi 27 m³ na 1 kg naftalenu, przy czym pewne odchylenia od tej proporcji nie zmieniają zasadniczo wydajności procesu i czystości produktu.

c) Zauważono, że temperatura kondensacji bezwodnika kwasu ftalowego wpływa na czystość produktu i stąd konieczność ustalenia i przestrzegania w ciągłym ruchu ścisłych parametrów w skrzyniach kondensacyjnych.

d) Zatrzymanie reakcji połączone z ochłodzeniem reaktora wpływa ujemnie na późniejszą pracę katalizatora i dlatego postulat ciągłości i bezawaryjności ruchu oddziału utlenienia naftalenu nabiera jeszcze większej wagi.

e) Nadal prowadzone prace nad katalizatorem, a przede wszystkim nad poprawą jego wytrzymałości mechanicznej, wykazują, że utrzymanie parametrów mieszania nośnika z związkami wanadu, sposób pastylkowania, temperatura i czas suszenia decyduje o jakości katalizatora. Stąd konieczność dużego zmechanizowania prac przy jego produkcji, która pozwoli na niezmiennie zachowanie ustalonych parametrów.

f) Oczyszczanie surowego bezwodnika kwasu ftalowego (proces destylacji), oprowadzony na instalacji półtechnicznej, jest dość kłopotliwy w ciągłym ruchu, przede wszystkim z powodu łatwego zastygania produktu i powstawania stąd „korków” w przewodach. Dotychczasowe doświadczenia wykazały, że kaskadowe umieszczenie aparatów (topienie surowca na najwyższym piętrze) jest najbardziej słusznym rozwiązaniem. Doświadczenia CSR również potwierdzają ten wniosek. Należy zaznaczyć, że BIOSy, które opisują fabryki niemieckie produkujące bezwodnik kwasu ftalowego, podają inny schemat destylacji — topienie na parterze i przetłaczanie azotem stopionego bezwodnika do rafinacji i destylacji.

Możliwości wykorzystania doświadczeń CSR

Jak już wspomniano, pobyt w CSR wskazał na szereg możliwości potania produkcji i zapewnienia bezawaryjności ruchu.

Najważniejsze to możliwość stosowania tańszego surowca, jakim jest naftalen prasowany, względnie nawet wirowany. Dotychczas pracujemy na naftalenie krystalicznym, a więc surowcu stosunkowo drogim (cena 1 tony naftalenu krystalicznego — 1210 zł, naftalenu prasowanego — 600 zł, zaś wirowanego — 410 zł). Przerób więc naftalenu wirowanego obniżyłby prawie trzykrotnie cenę surowca wyjściowego. Użycie niekrystalicznego naftalenu wymagać będzie częściowych zmian aparatów. Konieczną przypuszczalnie okaże się zmiana konstrukcji odparowywaczy. Stosowane przez nas odparowywacze to zbiorniki stojące, zaopatrzone w kanały spiralne, którymi naftalen spływa i ulega odparowaniu. A więc w jed-

nostce czasu ta ilość surowca, która dopływa do odparowywacza, również uchodzi w postaci par naftalenu. Przy użyciu naftalenu prasowanego względnie wirowanego o wiele bardziej odpowiednim wydaje się odparowywacz używany w CSR — leżący kocioł w którym utrzymuje się równy poziom stopionego naftalenu. Przy stałej temperaturze i ilości przepływającego powietrza zostaną zawsze porwane jednakowe ilości par naftalenu, z tym, że zanieczyszczenia zawarte w surowcu osiadać będą na dnie zbiornika czyszczonego co pewien okres czasu. Kontrolę składu mieszanki winien w tym wypadku stanowić automatyczny gazoanalyzer określający stężenie par naftalenu w mieszance.

Niemniej ważne dla nas jest wykorzystanie doświadczeń CSR na oddziale kondensacji. Kondensacja skrzyniowa stosowana dotychczas u nas wymaga stosowania na jeden reaktor dużej ilości skrzyń, na ścianach których bezwodnik kwasu ftalowego krystalizuje w postaci igieł lub „siana”. Duża ilość aparatów podnosi koszt inwestycji, wymaga odpowiedniego budynku i jest poza tym dość kłopotliwa w obsłudze. Przejście na kondensację wieżową na wzór CSR poza obniżeniem kosztów upraszcza zasadniczo prowadzenie procesu.

Trzecim ważnym zagadnieniem to produkcja odpowiedniego katalizatora. Katalizator używany w Czechosłowacji (odmienny od naszego) okazał się bardzo dobry w praktyce, dlatego też w planie prac badawczych oddziału półtechniki umieściliśmy również badania katalizatora według dokumentacji CSR.

Omówiliśmy najważniejsze tylko problemy, które musimy rozpracować w oparciu o doświadczenia CSR. Do tego należy dodać szereg drobniejszych usprawnień prowadzenia ruchu oddziału. Np. bardzo duże korzyści daje taka konstrukcja reaktora, która umożliwia w razie konieczności bezpośrednie ogrzewanie go spalinami i tym samym nie zmusza do wygaszania jednostki nawet w wypadku kilkudniowego postoju. Przebudowany w ten sposób reaktor na instalacji półtechnicznej zdał już u nas egzamin w ruchu.

Zakłady Przemysłu Azotowego w Kędzierzynie obok montażu oddziału bezwodnika kwasu ftalowego prowadzą nadal prace badawcze na półtechnice. W planie rozwoju Zakładu założone jest dalsze rozszerzenie produkcji bezwodnika kwasu ftalowego. Zrozumiałe więc staje się, że wymiana doświadczeń i wprowadzenie osiągnięć krajów zaprzyjaźnionych da kolosalne korzyści dla rozwijającego się u nas przemysłu wielkiej syntezy organicznej.

Instytut Chemii Organicznej Akademii Nauk ZSRR w Moskwie

Z. Eckstein

W miesiącu styczniu 1954 r. zostałem wydelegowany do ZSRR przez Polską Akademię Nauk i miałem możliwość zapoznać się ogólnie z tematyką prac i zwiedzić Instytut Chemii Organicznej AN ZSRR w Moskwie. Garścią wrażeń natury ogólnej chcę się podzielić z ogółem chemików polskich za pośrednictwem „Przemysłu Chemicznego”.

Tematyka prac naukowych prowadzonych przez IChO AN ZSRR jest mniej lub więcej znana ogółowi chemików polskich na podstawie publikacji ogłaszanych w fachowej literaturze radzieckiej. Uderza w nich zasadniczy rys, są one głęboko tematycznie powiązane ze sobą a w ich tematyce widać umiejętnie zaplanowanie ciągłości prac. Stanowią one kontynuację kierunków zapoczątkowanych lub rozwiniętych przez wybitnych chemików rosyjskich lub radzieckich, jak np. N. D. Ziełińskiego, A. E. Faworskiego, M. G. Kuczerowa i innych. Wybitnymi kontynuatorami tych kierunków są m. in. M. F. Szostakowski, A. D. Pietrow, B. A. Kazański i szkoła stworzona przez I. N. Nazarowa.

Należy podkreślić, że tematyka prac naukowych tej placówki AN ZSRR skierowana jest przede wszystkim na rozwiązywanie zagadnień natury teoretycznej dotyczących budowy związków chemicznych i mechanizmu reakcji chemicznych, które to zagadnienia są zasadniczym celem prowadzonych badań. Aspekt praktyczny tych prac tj. ich wartość dla celów przemysłowych lub technologicznych jest następstwem rozwoju badań teoretycznych a nie na odwrót. Plan prac badawczych AN uwzględnia jedynie w bardzo wyjątkowych przypadkach potrzeby przemysłu tj. wtedy, gdy istnieje ścisła

zbieżność potrzeb przemysłu z opracowywaną tematyką lub gdy zagadnienie ze względu na swoją wagę ma podstawowe znaczenie państwowe a instytuty branżowe nie są w stanie ich rozwiązać. Nie oznacza to bynajmniej, że Instytut Chemii Organicznej AN ZSRR uprawia „sztukę dla sztuki”, tzn. że płodzi prace naukowe jedynie w tym celu, by zapełniać nimi szpalty pism fachowych. Nie, wystarczy tylko przyjrzeć się bacznie kierunkowi rozwojowemu prac nad związkami acetyleny, by wyraźnie dostrzec ich wielką wartość naukową i powiązanie z praktyką, które to wpływa samo z siebie. Wynikiem tych prac było np. opracowanie syntezy klejów karbinolowych, które znalazły praktyczne zastosowanie do budowy wykładzin moskiewskiego metra, naprawy uszkodzeń czołgów i centralnego ogrzewania w okresie wojennym, w budownictwie samolotów itp. Prace szkoły Nazarowa dały np. przemysłowi farmaceutycznemu metodę syntezy nowego środka przeciwbólowego „Promedol”, który jest estrem propionowym 1,2,5-trójmetylo-4-fenyl-4-piperidolu, a użycie pochodnych acetyleny do syntezy układu typowego dla steroidów rokuje wiele ciekawego w tej tak interesującej dziedzinie chemii organicznej.

Szostakowski i współpracownicy, badając reakcje acetyleny z alkoholami, otrzymali szereg eterów winylowych (mogą one służyć do technicznego otrzymywania aldehydu octowego, gdyż ulegają bardzo łatwo hydrolizie pod wpływem słabych kwasów), które polimeryzowane dają płynny tzw. „balsam Szostakowskiego”. Balsam ten znalazł praktyczne zastosowanie do klejenia w przemyśle optycznym, stosuje się go

przy poparzeniach w postaci okładów (goi i zapobiega infekcji) a po starannym oczyszczeniu próbuje się nim klinicznie leczyć wrzody żołądka, dwunastnicy itp.

Pracownia Zielińskiego, kierowana obecnie przez B. A. Kazanśkiego, jest dziś w stanie określić jakościowo i ilościowo we frakcjach ropy naftowej ok. 80 związków chem. Pracownia ta prowadzi obecnie badania nad wyżej wrzącymi składnikami ropy, wydzielając je drogą frakcjonowanej destylacji, chromatografii i innych metod fizykochemicznych. Budowę tych związków potwierdza się drogą syntezy metodą połączeń Grignarda lub metodą Kiznera porównując widma ramanowskie produktu pochodzenia naturalnego i syntetycznego. Pracownia ta kontynuuje prace nad badaniem uwodornienia i odwodornienia pochodnych naftenowych, starając się znaleźć związek między strukturą katalizatora a jego działaniem np. selektywnego zachowania nienaruszonych układów cyklobutanowych i cyklopentanowych, które normalnie w takim procesie odwodornienia ulegały rozszczepieniu, zanieczyszczając produktami destrukcji materiał końcowy. Do badań katalizatorów zastosowano mikroskop elektronowy i rentgenografię.

W związku z rozwinięciem syntezy związków alifatycznych, zagadnienie syntezy węglowodorów metodą połączeń Grignarda uległo zasadniczemu rozszerzeniu na związki niesasycone zawierające układy enowe, dienowe oraz układy z potrójnymi wiązaniami (ynowe). Wyniki dotychczasowe pozwalają na pewne uogólnienia, jeśli chodzi o układ $C = C$ w α , β i γ położeniu do atomu chlorowca. Bliższe omawianie tego zagadnienia przekroczyłoby znacznie ramy niniejszego komunikatu. Zagadnienia te rozciągnięto na związki krzemorganiczne, które są też przedmiotem intensywnych badań i w ich świetle wiele prac zachodnich autorów można było skorygować, względnie wykazać ich zupełną błędność.

Należy podkreślić, że do badań mechanizmu reakcji organicznych stosuje się izotopy. D. N. Kursanow zastosował np. do badań wymiany wodoru na deuter D_2SO_4 i D_3PO_4 , przy czym temu autorowi i współpracownikom udało się stwierdzić ciekawy teoretycznie przykład wymiany wodorów na deuterium w związkach organicznych mających trzeciorzędowe wodory. Autorzy ci objaśniają ten proces wymiany przez tzw. „pełzanie ładunku dodatniego (jonu karboniowego) wzdłuż łańcucha parafinowego”, barierę dla pełzania jonu karboniowego sta-

nowią grupy $\begin{array}{c} \text{H} \\ | \\ -\text{C}- \\ | \\ \text{H} \end{array}$ i $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{C}- \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array}$. Przy pomocy tej metody roz-

strzygnięto np. mechanizm cyklizacji propylenoalliloketonu i ustalono w tego typu związkach położenie podwójnego wiązania w rodniku allilowym.

Duży nacisk w pracowni kierowanej przez W. W. Korszaka położono na badanie mechanizmu polimeryzacji, badanie wielkości cząstek polimerów przy pomocy metod fizykochemicznych i metody oznaczania tzw. grup końcowych (Rogożyn wykazał np., że ta ostatnia metoda może dać błędne wyniki, wskutek tworzenia się grup metylowych lub dekarboksylacji kwasów karbonowych użytych do reakcji polimeryzacji). Wiele uwagi poświęca się w tej pracowni zagadnieniu czystości monomerów stosowanych do polimeryzacji.

Pracownicy Instytutu mają własny zakład szklarski, który stoi na wysokim poziomie i wykonywuje nietypową aparaturę z kwarcu i szkła specjalnego. Zagadnienie personelu fachowego, tak aktualne u nas w kraju, zostało tam rozwiązane przez szkolenie młodych sił, co zdaniem kierownika Dubinina dało doskonałe rezultaty a wymagało też przełamania pewnych oporów wśród bardzo konserwatywnej „kasty szklarzy” starszego pokolenia.

Instytut Chemii Organicznej AN ZSRR posiada doskonale wyposażoną pracownię analityczną, która stosuje własne metody mikroanalityczne (wydano książkową publikację na temat tych metod, a kompletna aparatura dla urządzenia takiej pracowni jest produkowana przez przemysł Związku Radzieckiego). Ambicją pracowni analitycznej jest dawać chemikowi pełny skład ilościowy badanej substancji na podstawie jednej mikronawózki. Pracownia ta wykonuje około 3500 analiz rocznie przy stosunkowo skromnej obsadzie i prowadzi prace

badawcze nad nowymi metodami analizy, ulepszając już istniejące sposoby.

Do badań związków organicznych oprócz typowych metod analitycznych wciągnięto cały arsenał współczesnych metod fizykochemicznych i fizycznych. Wnioski na temat budowy nowych związków chemicznych są stawiane dopiero po ich potwierdzeniu na podstawie analizy spektralnej w ultrafiolecie lub podczerwieni względnie przy pomocy widma ramanowskiego (np. Batujew wykazał istnienie przy pomocy widma Ramana wiązania wodorowego w eterach winylowych). Aparatura stosowana do tego celu jest całkowicie produkowana w ZSRR, a jej stałe ulepszanie i unowocześnianie ułatwia znacznie pracę personelowi ją obsługującemu.

W pracowni rentgenowskiej analizy strukturalnej, kierowanej przez Kitajgorodzkiego, przeprowadza się badania budowy związków organicznych na podstawie debajogramu, oznaczając ciężar drobinowy, symetrię cząsteczki, zagadnienie tworzenia kompleksu (wzgl. związku), izomerii cis i trans oraz potwierdzanie budowy związków organicznych. Należy podkreślić, że pracownia oprócz prac usługowych prowadzi własne badania, jak np. badanie symetrii dwuchloropochodnych naftalenu. Na rozwój metod badań fizykochemicznych w chemii organicznej kładzie się dziś w Instytucie szczególnie nacisk, co wobec znanego konserwatyizmu chemików organików (wiary w samowystarczalność metod syntezy i degradacji związków organicznych dla poznania ich budowy) i tam nie odbywało się bez walki, jak zwykle starego z nowym.

W okresie zwiedzania był Instytut Chemii Organicznej AN ZSRR w przededniu przeprowadzki do nowych pomieszczeń wybudowanych w powstającym mieście nauki na Lenińskich Gorach. Dawne warunki lokalowe Instytutu należy nazwać b. skromnymi, zagęszczenie tej instytucji niekiedy przypominało warszawskie warunki mieszkaniowe z okresu przed odbudową stolicy. Każdy lokal był wykorzystany do maksimum, klasycznym przykładem tego był fakt odbywania się wykładów czy też konsultacji z języka angielskiego w końcu długiego korytarza budynku.

Niemniej jednak warunki higieny pracy były dobre dzięki należytemu rozwiązaniu wentylacji wyciągów w pracowniach oraz w całym budynku. Przepisy bezpieczeństwa pracy w pracowniach są bardzo ostre i rygorystyczne, np. w pracowniach nie wolno przechowywać większych ilości łatwo palnych materiałów, a na pracę z większą ilością palnych organicznych rozpuszczalników (powyżej 500 ml) trzeba mieć zezwolenie dyrektora instytutu i kierownika ochrony przeciwpożarowej. Prace z acetylenem są wykonywane w specjalnych pomieszczeniach (boksy z blachy żelaznej 2 cm grubości) a aparatura jest kontrolowana i sterowana z zewnątrz.

Kilka słów chcę poświęcić wzajemnemu stosunkowi pracowników naukowych. Wśród kierowników pracowni, młodszych pracowników i podległego personelu wyczuwa się szacunek dla stopnia naukowego, który w ZSRR ma inny, znacznie wyższy ciężar gatunkowy niż u nas w Polsce. Pracownicy Instytutu stale podnoszą swoje kwalifikacje zawodowe i naukowe, pracując bowiem w instytucji mają możliwość zdobyć kolejne stopnie i tytuły naukowe drogą rzetelnej pracy. Nie bez znaczenia w tym przypadku jest fakt zależności wysokości uposażenia pracownika od jego stopnia naukowego, a zależność ta jest znaczna. To poważanie stopnia naukowego nie stoi na przeszkodzie śmiałości dyskusji, nie hamuje krytyki na zebraniach naukowych, których atmosfera bardzo różni się od posiedzeń naukowych naszych. Zebrania naukowe, na których są omawiane prace, odbywają się w ramach normalnych godzin pracy, trwają po kilka godzin z tym, że większość czasu jest poświęcona dyskusji referatu a nie na odwrót. Dyskusje te są podstawą oceny pracy przed jej ogłoszeniem i zezwoleniem na druk w prasie fachowej, ich przebieg ma nieraz bardzo burzliwy charakter, nad którym umiejętnie panuje przewodniczący zebrania.

Rytm pracy Instytutu jest spokojny a ze względu na dbałość o zdrowie pracowników przedłużanie pracy poza normalną ilość godzin jest niedopuszczalne. W przypadkach koniecznych organizuje się pracę na zmiany, przy czym za nieprzestrzeganie tego zarządzenia grożą poważne konsekwencje dyscyplinarne do publicznej nagany włącznie.

Z pobytu w NRD

J. Oblój

W ramach międzypaństwowej współpracy gospodarczej ZPA Kędzierzyn delegowały autora niniejszego artykułu, za zgodą Instytutu Syntezy Chemicznej w Gliwicach, w r. 1953 do NRD celem odbycia praktyki w zakresie plastyfikatorów — razem z inż. A. Jakubowiczem z ZPA, oraz w zakresie wosków — razem z technikiem St. Roefflerem z I. S. Chem. Oddział w Kędzierzynie.

Celem wyjazdu było zapoznanie się z pracami badawczymi i technologią produkcji zmiekczaczy w DHW Rodleben oraz wosków syntetycznych w Chemische Fabrik Dessau. Poza tym zwiedziłem Instytut dla Organicznego Chemicznego Przemysłu w Lipsku, wspólnie z inż. Jakubowiczem odbyliśmy konsultację na temat zmiekczaczy z dyrektorem Oddziału Lipskiego Instytutu dla Plastyfikatorów w Magdeburgu, oraz na temat wosków z dyrektorem Oddziału Lipskiego Instytutu dla Wosków i Smarów w Halle. Z technikiem Roefflerem zwiedziliśmy poza tym drugą fabrykę wosków w Völpke.

Mieliśmy możliwość porównania technologii procesów produkcyjnych i stanu zaawansowania badań w tych dziedzinach w NRD ze stopniem ich rozwoju w kraju.

Organizacja prac badawczych

Według informacji uzyskanych od dr Fischera, który towarzyszył mi przy zwiedzeniu Instytutu w Lipsku, prace badawcze z dziedziny chemii prowadzi się w NRD w laboratoriach badawczych istniejących przy większych zakładach przemysłowych, w instytutach czynnych poza fabrykami a podlegających bezpośrednio urzędowi ministerialnym oraz na wyższych uczelniach. Koordynacja tych badań jest regulowana na szczeblu ministerstwa.

Instytut dla Organicznego Chemicznego Przemysłu w Lipsku, którego dyrektorem jest prof. Leibnitz, zajmuje dwupiętrowy budynek główny o kubaturze rzędu 25000 m³, oddzielnie zbudowane „technikum” (ca 10000 m³), warsztaty mechaniczne i elektryczne, magazyny, a przewidziany jest także budynek dla wysokich ciśnień.

Pracownie do badań laboratoryjnych urządzone są w sposób typowy, z nieruchomymi stołami i kratownicami z prętów, przy czym istnieją pracownie małe (ok. 5×6 m), średnie (ok. 8×6 m) i duże (ok. 15×6 m).

Do prac w skali większej przeznaczone jest „technikum” stanowiące halę technologiczną, w której zgromadzone są typowe metalowe aparaty-dezintegratory, mieszalniki o poj. 50—200 l, filtry, wirówki, autoklawy itp. — zestawiane w razie potrzeby w ciąg aparatury dla zbadania całości lub fragmentu danego procesu. Nie buduje się tu półtechnik specjalnie dla jednego produktu, a Instytut zakupuje możliwie duże półtechniczne modelowych aparatów potrzebnych do przekontrolowania procesów spotykanych w technologii chemicznej.

Wypożyczenia pracowni Instytutu w Lipsku oraz jego oddziałów w Magdeburgu i Halle w aparaty szklane laboratoryjne, pomiarowe, fizykochemiczne jest zupełnie wystarczające. Pomieszczenia oddziałów w Halle i Magdeburgu są skromne.

Główną tematykę Instytutu Lipskiego stanowi chemiczna przeróbka węgla brunatnego, Oddziału w Magdeburgu — tworzywa sztuczne i zmiekczacze, zaś Oddziału w Halle — woski i smary.

Personel badawczy Instytutu w Lipsku podzielony jest na grupy — działy liczące przeciętnie kilkanaście osób, których kierownicy (dr chem., lub dypl. chem.) podlegają bezpośrednio dyrektorowi Instytutu. Temat opracowuje podgrupa złożona średnio 3—6 osób. Przeciętny roczny koszt tematu wynosi ca 60000 DM, przy czym przeważają koszty osobowe. W zasadzie opracowuje się w Instytucie zagadnienia interesujące przemysł, lecz prowadzone są także prace o charakterze podstawowym teoretycznym.

Instytut jest w rozbudowie, ok. 30% pracowników stanowi personel administracyjny. Wśród pracowników zatrudnionych bezpośrednio przy doświadczeniach badacze z wyższym wykształceniem i przeważnie z długą praktyką stanowią ca 25%, reszta to dobrze przygotowane kadry techników i лаборantów. Przekazywanie prac do przemysłu odbywa się poprzez władze ministerialne.

Laboratoria badawcze na poziomie instytutów istniejące przy większych zakładach podlegają dyrekcji fabryki i opracowują tematy przeważnie dla zakładów macierzystych. W razie posiadania większych możliwości te placówki badawcze

opracowują także zagadnienia zlecane bezpośrednio przez władze centralne. Badawcze laboratoria przykładowe, np. w DHW Rodleben, w Farbenfabrik Wolfen i inne, posiadają dużą samodzielność w ramach zakładów i otaczane są specjalną opieką dyrekcji. Laboratorium Badawcze w DHW Rodleben posiada urządzone pomieszczenia do prac w skali laboratoryjnej, „technikum” z typowymi ćwierć i półtechnicznymi aparatami, czysto doświadczalne półtechniki przy oddziałach produkcyjnych (np. półtechnika dla uwodornień) i wszystkie potrzebne urządzenia pomocnicze: własne warsztaty mechaniczne, dmucharnię szkła, bibliotekę, magazyny itp.

Badania w skali laboratoryjnej odbywają się w dużej sali na 12 miejsc pracy, z nieruchomymi typowymi stołami, ich uzbrojeniem i niezbędnymi urządzeniami — jak digestoria, suszarki, pompy próżniowe, aparatury szklane itp. Oprócz tej sali istnieją mniejsze pracownie dla jednego zespołu, wyposażone specjalnie do prac np. z chlorem lub badan w niższych temperaturach, dalej pracownie analityczne, farmaceutyczne, pomieszczenie do robót z trującymi gazami na dachu i inne. Laboratorium posiada centralną rozdzielnię pary, wody, technicznej próżni oraz agregat chłodniczy do wytwarzania niskich temperatur. Duża sala badawcza stwarza dla prac laboratoryjnych, wg zdania zatrudnionych w niej, warunki znacznie mniej korzystne niż mniejsze pracownie. Personel laboratorium badawczego posiada także możliwość eksperymentowania w ruchu na instalacjach produkcyjnych. Pewne badania o charakterze usprawnień procesów technologicznych, czy prace nad korozją, prowadzi się również w oddziałowych laboratoriach ruchowych. Wyniki tych prac oceniane są przez kierownictwo fabryki bardzo pozytywnie.

Trzon produkcyjnego personelu technicznego w Zakładach w DHW Rodleben stanowią wykwalifikowani majstrowie z długoletnim doświadczeniem oraz dobrze wyszkoleni młodzi technicy.

Produkcja zmiekczaczy i wosków

W czasie pobytu w DHW Rodleben zapoznaliśmy się szczegółowo z badaniami i produkcją zmiekczaczy. W zakładzie tym wytwarza się następujące plastyfikatory: „ED₂₄₂”, „ED₃₅₆”, „PCK₃₀₄”, stanowiące estry bezwodnika ftalowego i alkoholi C₅-C₉ (średnio) pochodzących z uwodornienia syntetycznych kwasów tłuszczowych, dalej Intermolle „CE”, „CH” i „CK” oraz „Aroxan C” — niezmydlający się zmiekczacze o charakterze eterowym. Wymienione estry ftalowe przeznaczone są przede wszystkim do plastyfikowania polimerów winylowych, przy czym najlepszy „ED₂₄₂” podobny jest pod względem własności do ftalanu dwuoktylu. Intermolle nadają plastyfikatom dobrą odporność na niskie temperatury, rzędu — 50°C, gatunek najlepszy „CE” nadaje się do „PCW”, nitrocelulozowych lakierów, polistyrenu i chlorokauczuku, zaś „CH” i „CK” do mieszanek gumowych. „Aroxan C” jest używany przeważnie do ciemnych nitrocelulozowych lakierów i chlorokauczuku.

Podstawowa metoda produkcyjna dla plastyfikatorów estrowych polega na bezkatalizacyjnej estryfikacji, prowadzonej w temperaturach 200—250°C pod ciśnieniem kilku atmosfer początkowo a w końcu pod próżnią (oddestylowanie nadmiaru jednego z substratów z resztkami wody reakcyjnej) do liczby kwasowej poniżej 1 i rafinacji estru pod zmniejszonym ciśnieniem przy pomocy węgla aktywnego. Użykuje się w ten sposób zmiekczacze „ED₂₄₂” i „ED₃₅₆” o jasnej słomkowej barwie, o liczbie kwasowej przeciętnie 0,3 — 0,8, wysokim oporze elektrycznym (powyżej 10000 MΩ cm) i o innych żądanych własnościach.

„ED₂₄₂” jest eksportowany. W porównaniu z procesami bezciśnieniowymi katalizacyjnymi, stosowanymi np. w USA, metoda DHW Rodleben wymaga wyższych temperatur, przy których występują ciśnienia rzędu kilku atmosfer. Proces zachodzi w sposób periodyczny, ale omija odkwaszanie zmiekczacza i jego destylację.

Projekt analogicznego urządzenia do produkcji ftalanu dwubutyli i ftalanów wyższych alkoholi, oparty na doświadczeniach Rodleben, zakupiły ZPA Kędzierzyn w KIB Leuna.

Proces ten został udoskonalony w I. S. Chem. O/Kędzierzyn (B. Wolff i K. Kiteł), projekt opracowano w ZPA Kędzierzyn i uzyskano w półprodukcji ftalanu dwubutyli skrócenie czasu estryfikacji w stosunku do pierwotnego projektu.

Mieliśmy możliwość stwierdzić, że w Rodleben usprawnia się również proces produkcyjny przez podwyższenie temperatury estryfikacji i skrócenie jej czasu.

Plastyfikatory typu Intermolli podobne są pod względem charakteru chemicznego do wytwarzanych w czasie wojny Elaoli, a opracowane w I. S. Chem. Oddział Kędzierzyn w r. 1952 zmiekczacze I i II (J. Oblój i A. Skiba) nie ustępują im pod względem odporności na niskie temperatury.

Prace badawcze nad zmiekczacami skierowane są w Rodleben na usprawnienia istniejącego procesu, opracowania nowych gatunków zmiekczaczy i nowych metod produkcji. Badania nad usprawnieniem stosowanego reżimu technologicznego zmierzają do skrócenia czasu estryfikacji przez podwyższenie temperatury reakcji do 250–270°C i szybkie usuwanie wody ze środowiska reakcji.

Prace nad nowymi gatunkami plastyfikatorów obejmują sposoby ich otrzymywania w oparciu o posiadane półprodukty oraz zbadanie przydatności do zmiekczenia poszczególnych tworzyw. Wobec coraz wyższych wymagań stawianych przez konsumenta w stosunku do plastyfikatorów z tworzyw poliwinylowych i innych, dąży się do rozszerzenia asortymentu produkowanych zmiekczaczy przez gatunki specjalne, odpowiadające pod względem niskich lotności, migracji, niepalności i innych cech żądaniom odbiorców. W DHW Rodleben i w Oddziale Instytutu Lipskiego w Magdeburgu bada się zmiekczacze pochodne dwukwasów karbonowych, zmiekczacze typu eterów z pierścieniami aromatycznymi, estry alkoholu cztero- i hydrofurfurylowego z kwasami tłuszczowymi itp., oraz ich łączenie się i wpływ na własności pod względem gospodarczym ważnych tworzyw sztucznych. Jeśli chodzi o nowe kierunki w metodach produkcji estrów, to są tendencje przechodzenia od procesu periodycznego ciśnieniowego do ciągłego bezciśnieniowego w obecności katalizujących tę reakcję wymienników jonowych. Buduje się tego rodzaju aparaturę przemysłową do estryfikacji kwasów tłuszczowych, przeznaczonych dalej do uwodornienia na alkohole, z zamiarem wytwarzania na niej również niektórych gatunków plastyfikatorów.

W NRD wytwarza się zmiekczacze także w Chemicznych Zakładach Buna w Szkopau — ftalany „Palatinol C”, „Palatinol AH”, „Palatinol BH”, „HS” i polibutadieny, „Plastyfikator 32” i „RA”.

W Elektrochemicznym Kombinacie Bitterfeld wytwarzane są fosforany trójkrezylu i trójfenulu oraz zmiekczacze „KP”, a zakłady chemicznej przeróbki węgla brunatnego Golzau, Webau, Rosits, Lützkendorf dostarczają zmiekczaczy pomocniczych o charakterze węglowodorów dla przemysłu gumowego. Nie mieliśmy jednak możliwości obejrzenia odnośnych instalacji w wymienionych zakładach.

Jasne woski twarde produkuje się w NRD w Chemicznej Fabryce w Dessau i w Völpke na bazie wosku montanowego, który jest otrzymywany z węgla brunatnego (w Oberröblingen VEB Braunkohlenwerke, dawniej Riebeckische Montanwerke). Zakład w Dessau może być przykładem tego jak w trudnych warunkach na urządzeniach starego typu można produkować cenne artykuły, których duży procent jest eksportowany.

Proces produkcji jasnych wosków twardych — „Hartglanzwachs 1432” — polega na traktowaniu mieszaniny wosku montanowego z parafiną pochodzącą z brunatnego węgla kwasem azotowym celem przeprowadzenia „żywic montanowych” w nitrozwiązki dające się łatwo oddzielić. Następnie działa się kwasem siarkowym w temperaturze 130–190°C dla usunięcia asfaltowych związków oraz wybiela w ten sposób oczyszczoną substancję woskową przy pomocy ziem odbarwiających i węgla aktywnego. Produkt zubożenią się jeszcze częściej przy pomocy wodorotlenku wapnia. Proces jest mało ekonomiczny, wydajność wosku jasnego wynosi ca 40% licząc na surowce. Proces ten uważany jest za gorszy od metody utleniania wosku montanowego przy pomocy CrO_3 , stosowanej w Niemczech Zachodnich w Gersthofen. Woski cerynowe otrzymuje się w Dessau przez rafinację syntetycznej parafiny tzw. makroparafiny oraz pozostałości podestylacyjnych z ropy naftowych przy pomocy chlorku glinu i ziem białych. Mieszanki tych parafin dają woski cerynowe o żądanej temperaturze topnienia. Poza Dessau produkuje się w NRD również syntetyczne ozokeryty — przez rafinację parafinowych ekstraktów otrzymanych z podestylacyjnych pozo-

stałości przy wysokociśnieniowym uwodornieniu węgla brunatnego. Parafina z destylacji węgla brunatnego i z procesu TTH stanowi również wartościowy produkt handlowy. W Völpke destyluje się wosk montanowy w temperaturach ok. 400°C z przegrzaną parą wodną pod próżnią i otrzymuje się jasne woski twarde — typu bielonego wosku montanowego „A” oraz woski miękkie. Destylacja w tych warunkach zachodzi ze znacznym rozkładem substancji woskowej i wydajność wartościowych wosków leży poniżej 30% licząc na surowiec. Obydwa wymienione procesy produkcyjne ustępują zarówno pod względem ekonomii jak jakości końcowych produktów metodzie stosowanej w Gersthofen. Wosk montanowy, jasne woski twarde i woski cerynowe uważane są za podstawowe gatunki, a zapotrzebowanie na jasne, twarde woski oceniane jest w NRD, wobec planowanego szerokiego rozwoju przemysłu lekkiego, przez fachowców na ca 2000 t/rok.

Prace badawcze, prowadzone głównie w Oddziale Lipskiego Instytutu w Halle, mają na celu poprawę pod względem ekonomicznym stosowanych metod przez wyekstrahowanie resztek wosków z pozostałości porafinacyjnych, pofiltracyjnych i podestylacyjnych, zidentyfikowanie składu niemieckiego wosku montanowego i opracowanie nowych gatunków wysokiej jakości. Ten ostatni kierunek obejmuje przede wszystkim badania nad wyizolowaniem kwasu montanowego z wosków wytwarzanych w Völpke oraz jego przeróbkę do estrów glikolowych, amidów i dalszych ich pochodnych.

Korzyści z wymiany doświadczeń

Współpraca gospodarcza między zaprzyjaźnionymi krajami demokracji ludowej oraz Związkiem Radzieckim, obejmująca poza wymianą handlową także praktyki i konsultacje z fachowcami zagranicznymi, stwarza dogodne warunki dla szybkiego podciągnięcia poziomu słabiej rozwiniętych gałęzi przemysłowych. W szczególności w dziedzinie organicznego przemysłu chemicznego możemy wiele nauczyć się w ZSRR i NRD. Możliwości zakupienia gotowych dokumentacji oraz odbycia praktyk w odnośnych zakładach pozwalają w znacznie krótszym czasie i w wielu wypadkach z mniejszym nakładem kosztów założyć instalacje przemysłowe, niż poprzez własne badania i projektowanie. Trzeba zaznaczyć, że posiadanie zagranicznego projektu na instalację przemysłową nie wyklucza w większości wypadków potrzeby skontrolowania procesu na miejscu, przeważnie w skali półtechnicznej, jeśli nie ma możliwości odbycia praktyki na podobnej aparaturze u dostawcy projektu. Wykorzystanie praktyk zagranicznych pozwala usprawnić własne procesy, rozszerzyć asortyment produkcji, oraz w krótszym znacznie czasie opanować rozruchowe trudności na nowych instalacjach. Jest zrozumiałe, że większe korzyści daje praktyka czy konsultacja, jeśli odbywający ją jest dobrze przygotowany i obznajmiony z daną dziedziną, a ma ona miejsce w dużym zakładzie przemysłowym o nowoczesnej technice.

Zapoznanie się z organizacją prac badawczych i sposobami ich prowadzenia w ogólnych instytucjach i laboratoriach dało nam możliwość krytycznego porównania warunków i stylu prac naszych instytutów branżowych z placówkami w NRD.

Praktyka i konsultacje dotyczące zmiekczaczy pomogły w wysokim stopniu do ugruntowania poglądu w sprawie kierunków rozwoju produkcji zmiekczaczy w kraju, szybkiego opanowania półprodukcji ftalanu dwubutylny w ZPA Kędzierzyn, ulepszenia projektu dla przemysłowej instalacji ftalanów oraz zaprojektowania wyposażenia i sposobu pracy w pracowni badania przydatności zmiekczaczy, organizowanej po naszym powrocie z NRD w ISChem. Oddział Kędzierzyn.

Praktyka w zakresie wosków dostarczyła danych o rozwoju tej gałęzi przemysłu w NRD. W kraju można będzie wykorzystać sposób przeróbki syntetycznej parafiny (po uruchomieniu Syntyny II) i pozostałości podestylacyjnych z ropy naftowych do otrzymywania namiastek ceryny naturalnej.

Rozszerzenie współpracy w dziedzinie konsultacji, praktyki i projektowania z NRD, gdzie przemysł chemiczny stoi na wysokim poziomie i posiada takie fabryki — kombinaty jak w Schkopau, Leuna, Böhlen, Bitterfeld, Wolfen, w Karl Marx-Stadt, Rodleben itp. może przynieść dalsze korzyści naszej chemii szczególnie w zakresie nowych produkcji, ciągłości procesów i ich automatyzacji.

Z praktyki w Węgierskiej Republice Ludowej

Z. Kotuła

W ostatnich latach obserwujemy wzrastające zacieśnianie się więzów przyjaźni i współpracy pomiędzy państwami demokracji ludowej. Zakres tej współpracy stale się rozszerza i obejmuje coraz więcej gałęzi życia kulturalnego, naukowego i gospodarczego.

Między innymi w dziedzinie przemysłu farmaceutycznego Polska Ludowa nawiązała ścisłą współpracę z Czechosłowacją, Węgrami i NRD.

W 1952 r. byłem delegowany przez Instytut Farmaceutyczny wraz z dr Cz. Bołdokiem do Instytutu Biochemicznego w Budapeszcie, gdzie mieliśmy zapoznać się z prowadzonymi tam badaniami nad otrzymywaniem streptomycyny.

Węgrzy przyjęli nas nadzwyczaj serdecznie i od pierwszej chwili powstała między nami atmosfera przyjaźni i ścisłej współpracy.

Ustosunkowanie się Węgrów ułatwiło nam skorzystanie z ich doświadczeń i prac badawczych, przeprowadzonych w Instytucie Biochemicznym.

Badania nad otrzymywaniem streptomycyny nie były prowadzone w naszym Instytucie Farmaceutycznym przed wyjazdem na Węgry.

Znajomość literatury, dotyczącej tego antybiotyku, oraz doświadczenia zdobyte przy pracach nad penicyliną pozwoliły nam na szybkie przyswojenie osiągnięć naszych węgierskich przyjaciół w tej dziedzinie.

Węgierski Instytut prowadził badania nad streptomycyną w skali laboratoryjnej, ćwierćtechnicznej i półtechnicznej. Pracownicy naukowi powyższego Instytutu zapoznali nas z trzyletnimi wynikami swoich badań, prowadzonych w trudnych warunkach lokalowych i aparaturowych oraz bez kontaktu z zagranicą.

Do największych osiągnięć należy zaliczyć wyizolowanie własnego szczepu „*Streptomyces griseus*” oraz opracowanie:

- warunków fermentacji dla metody powierzchniowej i głębinowej,
- wyodrębniania i oczyszczania streptomycyny,
- metod analitycznych kontroli surowców, półproduktów i gotowych preparatów,
- metody biologicznego oznaczania streptomycyny.

Naszym zadaniem było dokładne zapoznanie się z wyżej wymienionymi osiągnięciami celem wykorzystania ich w pracach prowadzonych w Instytucie Farmaceutycznym.

Po ogólnym zaznajomieniu się ze strukturą organizacyjną

i z całokształtem badań Instytutu Biochemicznego przystąpiłem do szczegółowego zapoznania się z jego osiągnięciami.

W dziale chemicznym pracowałem pod bezpośrednim kierownictwem dr M. Bodańskiego. Zapoznałem się tutaj z metodami wyodrębniania streptomycyny zarówno z fermentacji powierzchniowej, jak i głębinowej. Otrzymane surowe sole streptomycyny poddawano procesom oczyszczania. Ze względu na zmienny przebieg poszczególnych procesów fermentacyjnych trzeba było stosować różne metody oczyszczania, aby otrzymać produkty o dostatecznie wysokiej czystości.

W laboratorium analitycznym zaznajomiłem się z metodami oznaczania streptomycyny w brzeczce, półproduktach i gotowych produktach oraz z metodami kwalifikowania surowców stosowanych do fermentacji.

Na zakończenie praktyki przeszedłem na dział półtechniki, gdzie przerabiano brzeczke pofermentacyjną o objętości ok. 500 l; pracowałem tutaj na stanowisku kierującego procesem płynu pofermentacyjnego i miałem do dyspozycji cały dział półtechniki chemicznej. W tym okresie przerobiłem cztery szarże i miałem możliwość całkowicie opanować węgierską metodę wyodrębniania streptomycyny.

Dopuszczenie do samodzielnego kierowania pracami na półtechnice świadczy najlepiej, jak dużym zaufaniem darzyli nas Węgrzy jako praktykantów.

Na zakończenie pobytu podzieliłem się naszymi spostrzeżeniami i wrażeniami z praktyki i rozstaliśmy się z przekonaniem, że współpraca polsko-węgierska nawiązana w dziedzinie antybiotyków będzie stale kontynuowana i pogłębiana.

W dniu odjazdu Węgrzy przekazali nam w ramach współpracy próbki różnych surowców, których nie posiadaliśmy w kraju, oraz węgierski szczep „*Streptomyces griseus*” i próbkę wzorcową streptomycyny. Pozwoliło nam to zaraz po powrocie do kraju rozpocząć prace badawcze w skali laboratoryjnej. Wyniki uzyskane przez nas w kraju potwierdziły rezultaty uzyskane przez Węgrów.

Obok opieki zawodowej spotkaliśmy się z nadzwyczajną gościnnością Węgrów jako gospodarzy. Dyrekcja wraz z pracownikami starała się o uprzyjemnienie nam czasu po godzinach pracy. Między innymi mieliśmy możliwość zwiedzić Uniwersytet w Szeged i Instytut Biochemiczny w Tihany nad jeziorem Balaton.

Na zakończenie chciałbym podkreślić serdeczne ustosunkowanie się do nas Dyrekcji Instytutu Biochemicznego prof. dr Kramli i inż. Tetamanti oraz dr Bodańskiego i dr Horvatha.

Prace naukowo-badawcze

O N-acetyloanilidzie kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego

W. Gumułka

547.657-551.42

Instytut Barwników i Półproduktów

Opracowano sposób otrzymywania N-acetyloanilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego. Otrzymano go przepuszczając suchy gazowy chlorowódor przez zawieszinę anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w bezwodniku kwasu octowego. Udowodniono jego budowę oraz otrzymano kilka jego pochodnych.

Разработан метод получения N-ацетиланилида 2-гидроксн-3-нафтоной кислоты путем введения сухого газового хлороводорода в суспензию анилида 2-гидроксн-3-нафтоной кислоты в ангидриде уксусной кислоты. Потверждена структура N-ацетиланилида и получены некоторые его производные.

A method of preparing 2-hydroxy-3-naphtho-N-acetylanilide by passing dry gaseous hydrogen chloride through a dispersion of anilide of 2-hydroxy-3-naphthoic acid in acetic anhydride has been worked out. The structure of the product synthesized has been established and some of its derivatives have been obtained.

Spośród kwasów hydroksynaftoesowych najlepiej poznane są dwa: kwas 2-hydroksy-1-naftoesowy oraz kwas 2-hydroksy-3-naftoesowy. Ostatni z nich, ze względu na swoje szerokie zastosowanie w przemyśle barwników, był przedmiotem licznych badań, opublikowanych w literaturze naukowej i patentowej.

Z licznych reakcji, jakie daje kwas 2-hydroksy-3-naftoesowy, należy wyróżnić łatwość tworzenia aryliidów przez ogrzewanie z nim amin aromatycznych pierwszorzędowych w obecności trójdychloru fosforu w bezwodnym rozpuszczalniku orga-

nicznym oraz zdolność sprzęgania w położeniu „1” w alkalicznym roztworze soli dwuazoniowych, przy czym tworzą się barwniki azowe rozpuszczalne w alkaliach.

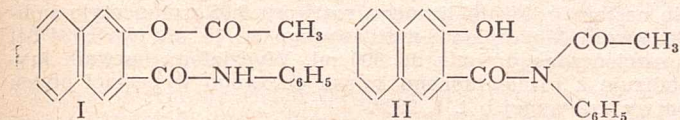
Reakcję tę pierwszy zaobserwował polski uczoney St. Kostanecki. (1) w 1893 roku. W 18 lat później reakcję tę zastosowano do aryliidów tego kwasu (2), otrzymując barwniki odznaczające się bardzo trudną rozpuszczalnością w alkaliach.

Spośród aryliidów kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego jednym z najlepiej poznanych jest jego anilid, znany w przemyśle pod nazwą naftolu AS lub naftoelanu A.

Związek ten otrzymuje się według metody Schöpfa (3) przez stapianie równocząsteczkowych ilości kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego z aniliną w obecności tróchlorku fosforu lub przez ogrzewanie w toluenie kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego z aniliną w obecności tróchlorku fosforu (4).

Z licznych pochodnych anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego stosunkowo dużo miejsca w literaturze naukowej i technicznej zajmują opisy jego pochodnych acetylowych.

Teoretycznie można przewidzieć dwie pochodne jednoacetylowe tego związku, zawierające resztę acetylową na miejscu atomu wodoru grupy hydroksylowej (I) albo grupy iminowej (II).



Dla uzyskania związków obu typów wspomnianych pochodnych acetylowych anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego stosowano dotychczas metody acetylowania tegoż anilidu za pomocą bezwodnika kwasu octowego lub chlorku acetylu (5, 6, 7, 8). W literaturze naukowej opisane są dwie substancje o składzie wspomnianej pochodnej acetylowej:

- 1) substancja o t. t. 152°, bezbarwna, względnie żółta (Higgins E.), którą otrzymuje się przez ogrzewanie anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego z kwasem octowym i jego bezwodnikiem,
- 2) substancja o t. t. 160° (Brass K. i Sommer P.) otrzymywana przez ogrzewanie anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego z bezwodnikiem kwasu octowego i wreszcie,
- 3) substancja o t. t. 130° (z rozkładem) (Higgins E.), otrzymana przez ogrzewanie anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego z nadmiaru chlorku acetylu.

Pierwsze dwa produkty są niewątpliwie jednym i tym samym związkiem różniącym się jedynie stopniem oczyszczenia. Według Higginsa produkt acetylowania o t. t. 152° jest pochodną N-acetylową (II), natomiast substancja o t. t. 130° (z rozkładem) właściwym estrem (I) to znaczy O-acetylową pochodną. Pierwszy produkt rozpuszcza się mianowicie w alkaliach i sprzęga się z solami dwuazoniowymi. Świadczy to o tym, że zawiera on wolną grupę hydroksylową, w przeciwieństwie do związku drugiego z nim izomerycznego, który wspomnianych reakcji nie wykazuje. W toku doświadczeń przeprowadzonych nad reakcją acetylowania anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego podjęto próby w celu ustalenia istotnego stanu rzeczy i wyjaśnienia rozbieżności istniejących w opisach połączeń wspomnianego typu w literaturze naukowej.

Postępując się metodą polegającą na działaniu gazowym, suchym chlorowodorem na zawieszinę anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w nadmiarze bezwodnika kwasu octowego, otrzymano krystaliczny produkt (słupki, barwy szarzielonej), będący chlorowodorkiem pochodnej acetylowej, substancję rozkładającą się już na powietrzu z wydzieleniem chlorowodoru.

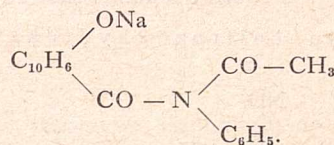
Wskutek rozkładu tej soli tworzy się właściwa pochodna acetylowa o t. t. 153° (bezbarwne igły) rozpuszczalna w alkaliach i sprzęgająca się łatwo z solami dwuazoniowymi, a więc związek identyczny z N-acetylową pochodną anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego otrzymaną przez Higginsa za pomocą wspomnianej wyżej innej metody acetylowania.

Doświadczenia te pozwoliły ustalić słuszność poglądu wspomnianego autora na naturę związku o t. t. 153°.

Po bliższym zbadaniu innych przemian opisanego wyżej połączenia stwierdzono, że zmydla się ono łatwo przy ogrzewaniu z ługiem alkoholowym, tworząc anilid kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego. Ten sam proces odszczepiania grupy acetylowej zachodzi przy działaniu kwasów mineralnych (np. stężonego kwasu solnego) w roztworze kwasu octowego. Podobnie działają również kwasy azotowy (c. wł. 142), azotawy, przy czym jednak w obu ostatnich przypadkach zachodzi zjawisko nitrowania względnie nitrozowania i tworzą się pochodne: nitrowa (t. t. 263° z rozkładem) oraz nitrozowa (t. t. 215° z rozkładem) anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego.

Z dalszych reakcji N-acetylowej pochodnej anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego, które zostały zbadane, należy wspomnieć o działaniu alkaliów na to połączenie. W roztworze ługu sodowego rozpuszcza się ono z zieloną fluorescencją.

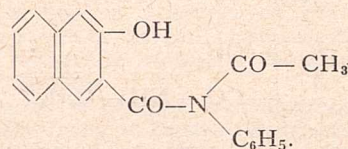
Działając natomiast stężonym ługiem, otrzymuje się osad krystaliczny soli sodowej N-acetylowej pochodnej naftolu AS (zielone igły)



Tę samą sól otrzymuje się również działając etylenem sodowym na N-acetyloanilid kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w roztworze benzenowym. Z innych pochodnych N-acetylowej pochodnej anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego, które otrzymano w niniejszej pracy, na uwagę zasługuje pikrynian (pomarańczowe płytki o t. t. 177°—180°) oraz pochodne dwu i trójbromowe powstające przez działanie bromu na badany związek. Charakter naftolowy połączenia badanego stwierdzono również sprzęgając je z solami dwuazoniowymi, przy czym otrzymano kilka nieznanych dotąd barwników azowych, różniących się od zwyczajnych barwników pochodnych naftolu AS, zawartością grupy acetylowej w układzie anilidowym. W szczególności udało się zbadać produkty sprzęgania N-acetylowej pochodnej naftolu AS z chlorkiem benzenodwuazoniowym (czerwone igły o t. t. 278° z rozkładem), oraz z chlorkiem p-sulfobenzenodwuazoniowym (barwnik o charakterze kwaśnym, czerwone igły o t. t. 316° z rozkładem).

Część doświadczalna

N-acetyloanilid kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego



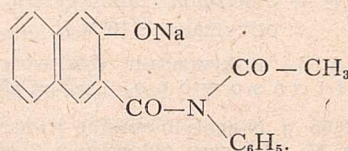
Przez zawiesinę 20 g anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w 80 g bezwodnika kwasu octowego ogrzewaną na łaźni wodnej przepuszcza się suchy gazowy chlorowódor. Anilid ulega po pewnym czasie rozpuszczeniu.

Po dłuższym czasie z roztworu wydziela się osad krystaliczny chlorowodoru pochodnej acetylowej, rozkładający się na powietrzu w stanie suchym z wydzieleniem dymów chlorowodoru. Produkt rozkładu krystalizuje z alkoholu w postaci bezbarwnych igieł o t. t. 153°. Wydajność: 87%.

Analiza:

Dla $C_{18}H_{15}O_3N$ obliczono: 74,72% C, 4,95% H, 4,60% N,
otrzymano: 74,80% C, 5,07% H, 4,64% N.

Sól sodowa N-acetyloanilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego



Roztwór 3,05 g N-acetyloanilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w 30 ml benzenu zadaje się 0,23 g sodu metalicznego i 10 ml alkoholu absolutnego. Wydziela się osad w postaci igieł barwy zielonej, łatwo rozpuszczalny w wodzie i alkoholu.

Analiza:

Dla $C_{19}H_{14}O_3N Na$ obliczono 7,02% Na,
otrzymano 6,95% Na.

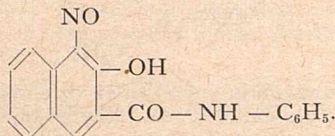
Pikrynian N-acetyloanilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego $C_{10}H_6(OH).CO.N.C_6H_5.(CO.CH_3).3C_6H_2(OH).(NO_2)_3$.

Roztwór 1 g N-acetylowej pochodnej anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w 10 ml alkoholu zadaje się na gorąco nasyconym alkoholowym roztworem 2,5 g kwasu pikrynowego. Po oziębieniu wydziela się krystaliczny osad pikrynianu w postaci płytek barwy pomarańczowej, krystalizujących z alkoholowego roztworu kwasu pikrynowego o t. t. 177—180°.

Analiza:

Dla $C_{27}H_{24}O_2N_{10}$ — obliczono: 14,12% N;
otrzymano: 14,17% N, 14,14% N.

Anilid kwasu 1-nitrozo-2-hydroksy-3-naftoesowego

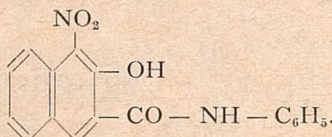


Roztwór 3,05 g N-acetylo-anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w rozcieńczonym ługu sodowym zadaje się 0,8 g azotynu sodowego, a następnie rozcieńczonym kwasem solnym do reakcji kwaśnej. Wydzielony różowy osad krystalizuje z kwasu octowego w postaci pryzmatów barwy czerwonej o t. t. 215° (z rozkładem). Substancja ta okazała się anilidem kwasu 1-nitrozo-2-hydroksy-3-naftoesowego. Jej temperatura topnienia jest wyższa o 15° od podanej w literaturze dla połączenia o tym samym składzie i wzorze strukturalnym, co pozwala przypuszczać, że badacze dawniejsi (7,9), którzy otrzymali ją po raz pierwszy, nie dysponowali związkiem zupełnie czystym.

Analiza:

Dla $C_{17}H_{12}O_3N_2$ — obliczono: 9,59% N,
otrzymano: 9,64% N.

Anilid kwasu 1-nitro-2-hydroksy-3-naftoesowego



Roztwór 3,05 g N-acetylo-anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w 30 ml kwasu octowego zadaje się w temperaturze pokojowej 0,8 ml kwasu azotowego (c. wł. 1,42). Po kilkugodzinnym staniu wydziela się osad, krystalizujący z kwasu octowego w postaci żółtych słupów o t. t. 263° (z rozkładem) trudno rozpuszczalnych w alkoholu, benzenie, toluenie i kwasie octowym. W ługu sodowym rozpuszcza się omawiana substancja dając czerwone zabarwienie. Nitrując w tych samych warunkach anilid kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego, otrzymuje się związek identyczny z opisanym wyżej. Przez redukcję tego związku w roztworze alkoholowym pyłem cynkowym i kwasem solnym uzyskuje się anilid kwasu 1-amino-2-hydroksy-3-naftoesowego, związek, w którym położenie grupy aminowej określono już dawniej (9).

Reakcja ta pozwala przyjąć, że w pierwotnym połączeniu nitrowym grupa nitrowa zajmuje położenie „1”.

Analiza:

Dla: $C_{17}H_{12}O_4N_2$ — obliczono: 9,11% N,
otrzymano: 9,16% N.

N-acetyloanilid kwasu dwubromo-2-hydroksy-3-naftoesowego $C_{19}H_{13}O_3NBr_2$

Do roztworu 3,05 g N-acetylo-anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w 50 ml kwasu octowego i 3 ml bezwodnika kwasu octowego wkrapla się 4 g bromu i ogrzewa do wrzenia w ciągu 1/2 godziny. Wydzielony osad krystalizuje z kwasu octowego w postaci płytek barwy żółtej, o t. t. 241°.

Analiza:

Dla $C_{19}H_{13}O_3NBr_2$ — obliczono: 34,52% Br,
otrzymano: 34,61% Br.

N-acetyloanilid kwasu trójbromo-2-hydroksy-3-naftoesowego $C_{19}H_{12}O_3NBr_3$

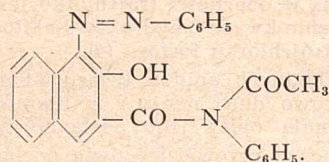
Do gorącego roztworu 3,05 g N-acetylo-anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w 50 ml kwasu octowego i 5 ml jego bezwodnika wkrapla się 6 g bromu i ogrzewa w ciągu 1/2 godziny.

Wydzielony osad krystalizuje z kwasu octowego w postaci płytek barwy cytrynowo-żółtej o t. t. 204—205°.

Analiza:

Dla $C_{19}H_{12}O_3NBr_3$ — obliczono: 44,25% Br,
otrzymano: 44,17% Br.

N-acetyloanilid kwasu 1-benzenoazo-2-hydroksy-3-naftoesowego

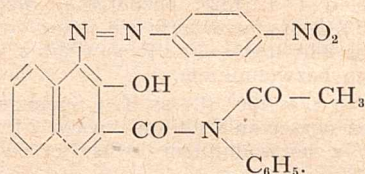


Roztwór 1 g aniliny w 6 ml kwasu solnego (c. wł. 1,19) ochłodzony do temperatury 0° zadaje się 0,7 g $NaNO_2$ rozpuszczonego w małej ilości wody. Tak przyrządzony roztwór wkrapla się następnie do alkalicznego roztworu 3,05 g N-acetylo-anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w 10 ml $NaOH(34^0Bé)$ i rozcieńczonego wodą do 300 ml. Wydzielony barwnik krystalizuje z rozcieńczonego kwasu octowego w postaci płytek barwy czerwonej o t. t. 238°.

Analiza:

Dla $C_{25}H_{19}O_3N_3$ — obliczono: 10,27% N
otrzymano: 10,30% N.

N-acetyloanilid kwasu 4'-nitro-1-benzenoazo-2-hydroksy-3-naftoesowego

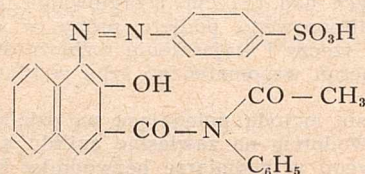


Do roztworu 3,05 g N-acetylo-anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w 10 ml $NaOH(34^0Bé)$ wkrapla się chłodzący roztwór 1,5 g zdwuazowanej p-nitroaniliny. Wydzielony barwnik krystalizuje z nitrobenzenu w postaci igieł, barwy czerwonej o t. t. 278° (z rozkładem).

Analiza:

Dla $C_{25}H_{18}O_5N_4$ — obliczono: 12,34% N,
otrzymano: 12,36% N.

N-acetyloanilid kwasu 4'-sulfo-1-benzenoazo-2-hydroksy-3-naftoesowego



Roztwór 3,05 g N-acetylo-anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego w 10 ml $NaOH(34^0Bé)$ zadaje roztworem 1,85 g zdwuazowanego kwasu sulfanilowego i następnie wykwasza. Wydzielony barwnik krystalizuje z kwasu octowego w postaci czerwonych igieł o t. t. 316° (z rozkładem).

Analiza:

Dla $C_{25}H_{19}O_6N_3S$ — obliczono 8,59% N.
otrzymano: 8,62% N.

Otrzymano 27.VII.54.

Literatura

1. Kostanecki St. Ber., **26**, 2898 (1893)
2. D. R. P. nr 251233 (1911)
3. Schöpf M., Ber., **25**, 2744 (1892)
4. D. R. P. nr 293897 (1913)
5. Anschütz R., Graff J., Ann. **367**, 219 (1909)
6. Brass K., Sommer P., Ber., **61**, 993 (1926)
7. Dziewoński K., Loewenhof A., Bull. inter. acad. pol. sci 1927, 421
8. Higgins E. B., J. Soc. Dyers Colourists **43**, 213 (1927)
9. Battagay M., Langjahr Ch., Rettig P., Chimie et Ind., **41**, 452 (1924)

Chemoodporne organiczne tworzywa sztuczne na podstawie żywic fenolowo-formaldehadowych

M. Grochowski

Instytut Tworzyw Sztucznych

679.562

Opisano technologiczny proces otrzymywania i własności chemoodpornego tworzywa sztucznego do budowy aparatury opartego na żywicy fenolowo-formaldehadowej i azbestie jako napelniaczu.

Описан технологический процесс получения и свойства химически стойкой пластмассы на базе фенол-формальдегидной смолы с азбестом в качестве наполнителя для химических установок.

The technology of manufacturing plastics resistant to chemicals for building apparatus has been given and the properties of the plastic have been described. The plastic has been made of phenol-formaldehyde resin with asbestos filler.

Rozwój przemysłu chemicznego nie jest możliwy bez rozbudowy szerokiej bazy produkcyjnej aparatury chemoodpornej.

Oprócz dotychczas stosowanej aparatury chemoodpornej skalnej, kamiennej, kamionkowej, emaliowanej i kwarcowej oraz zawsze deficytowej na podstawie szlachetnych metali jak nikiel, chrom itp. znajduje coraz szersze zastosowanie w krajach przodujących aparatura i urządzenia z chemoodpornych tworzyw sztucznych opartych na kauczuku, polichloru winylu, poliizobutylenie i polietylenie, a przede wszystkim na żywicach fenolowo-formaldehadowych.

Tworzywa ostatnie znane są w Niemczech i Stanach Zjednoczonych pod nazwą „Havegu”, a w ZSSR pod nazwą „Faolit”.

Dotychczas tego rodzaju tworzywa nie były produkowane w kraju. W Instytucie Tworzyw Sztucznych opracowano podobny rodzaj tworzyw pod proponowaną nazwą „Fenolit”. „Fen” oznacza tu, że jest to tworzywo oparte na żywicach fenolowo-formaldehadowych, „lit” oznacza, że głównymi składnikami tworzywa są ciała pochodzenia mineralnego, a przede wszystkim azbesty, jak np. antofilit, aktinolit, krokidolit itp.

Już od dawna była znana wysoka odporność chemiczna, termiczna i mechaniczna produktów kondensacji fenoli i formaldehydu.

Produkty te w formie żywicy bakelitowej (fenolowo-formaldehadowej) w swoim końcowym stadium polimeryzacji jako rezyty praktycznie nie są atakowane przez większość surowców chemicznych, wśród których jedynie działają na nie fenole, pirydyna, anilina i aceton. Na rezyty działają również stężone kwasy utleniające jak azotowy, chromowy i gorący stężony kwas siarkowy oraz stężone alkalia nieorganiczne, jak ług sodowy i potasowy.

Zastosowanie w praktyce samych rezytów jako tworzyw stuprocentowych jednak nie jest możliwe ze względu na ich kruchość. By zapobiec tej wadzie dodaje się do bakelitu materiały włókniste, jak włókna bawełniane, lniane, azbestowe itp.

Jednak takie dodatki obniżają jednocześnie odporność chemiczną gotowego tworzywa. Tworzywo bakelitowe oparte na zwykłym kwasowym azbestie np. już po krótkim stosunkowo działaniu kwasów traci od 20 do 30% na wadze, ponieważ te gatunki azbestu (przeważnie serpentynowe) zawierają około 50% składników rozpuszczalnych w kwasach. Niemniej jednak włókna azbestowe, tak zwane kwasoodporne, zawierające stosunkowo dużą ilość krzemionki dają tworzywa, które nawet po dłuższym traktowaniu stężonymi kwasami mineralnymi, tracą na wadze od 1—2%. Oprócz kwasoodpornego azbestu w tworzywach bakelitowych stosowany jest jako napelniazacz również grafit, który znacznie zwiększa własności chemoodporne tworzywa i w znacznym stopniu zwiększa przewodnictwo cieplne tworzywa i przez to umożliwia stosowanie go w ogrzewanej lub chłodzonej aparaturze bez obawy powstania pęknięć (węzownice, aparaty wyparne). W wypadkach, gdy chodzi o zwiększenie odporności cieplnej tworzywa fenolowo-azbestowego, stosuje się dodatek mielonego kwarcytu lub piasku krzemionkowego. Takie napelniacze jednocześnie obniżają cenę tworzywa.

Na równi z rodzajem napelniacza na chemoodporność i wytrzymałość cieplną i mechaniczną faolitowych tworzyw sztucznych ma wpływ decydujący również technologia tworzywa.

Przygotowanie wartościowego tworzywa sztucznego do budowy aparatury chemicznej z żywicy fenolowo-formaldehadowych i napelniaczy jest technologicznie trudne, chociaż pozornie wydaje się proste. Upłynęły dziesiątki lat zanim po długich i uciążliwych próbach można było uzyskać zadowalające wyniki.

Proces technologiczny polega na zmieszaniu płynnej żywicy rezolowej fenolo lub krezolo-formaldehadowej z napelniaczami jak włókna azbestowe „wylugowane” kwasem solnym, mielone grafit i piasek itp. Surowa masa formowana jest w odpowiednich formach różnego rodzaju przez ręczne obklepanie lub ubijanie podobne do przerobu gliny lub betonu. Następnie uformowane kształtki w formach poddawane są utwardzaniu w podwyższonej temperaturze do około 160° pod ciśnieniem sprężonego powietrza do około 8 atm w specjalnym wielkim autoklawie — kloszu.

Produkcja normalna tego tworzywa pod nazwą „Haveg” rozpoczęta została w Niemczech w 1925 r.

Proces technologiczny otrzymywania „Havegu” charakteryzuje się tym, że przy wyrobie masy surowej i dalszej przeróbce są w bardzo ograniczonym stopniu stosowane urządzenia maszynowe. Poza tym zachodzi konieczność stosowania do utwardzania wielkich kosztownych autoklawów pod ciśnieniem, uciążliwych w użyciu i niebezpiecznych ze względu na możliwość wybuchów wewnątrz autoklawu, które niszczą cały ładunek wyrobów.

Znaczny postęp w procesie technologicznym tego rodzaju tworzywa obserwujemy w Związku Radzieckim, gdzie się produkuje tzw. „Faolit”, bez potrzeby stosowania autoklawów ciśnieniowych i wykorzystuje się szeroko mechanizację wyrobów masowych.

Uzyskuje się dzięki temu znacznie wyższą jakość wyrobów faolitowych. W oparciu o radziecką techniczną literaturę opracowano w skali półtechnicznej tworzywo chemoodporne typu faolit na podstawie azbestu kwasoodpornego.

Proces technologiczny produkcji tego tworzywa polega na następujących kolejnych głównych operacjach:

- I. Przygotowanie azbestu:
 - a. oczyszczanie
 - b. rozwłóknianie
 - c. „lugowanie” kwasem solnym
- II. Produkcja żywicy rezolowej fenolo-formaldehadowej
- III. Przygotowanie surowej masy
- IV. Walcowanie masy
- V. Formowanie płyt na kalandrze
- VI. Formowanie rur
- VII. Formowanie części fasonowych
- VIII. Utwardzanie wyrobów
- IX. Lakierowanie wyrobów
- X. Utwardzanie lakieru

I. Przygotowanie azbestu

Do produkcji tworzywa kwasoodpornego typu „faolit” należy stosować zasadniczo azbest o trwałym mechanicznie włóknie, możliwie największej zawartości SiO_2 i Al_2O_3 i najmniejszej zawartości MgO , CaO i Na_2O i K_2O . Największe zastosowanie mają przy tym następujące rodzaje azbestów.

Tabela 1

Zestawienie składu chemicznego kwasoodpornych azbestów

Rodzaj azbestu	Ciężar właściwy	SiO_2	Al_2O_3	MgO	CaO	Fe_2O_3 + FeO	Na_2O , K_2O	H_2O
Krokidolit		51	38	2	0,15			2,5
Amozit	3,32	47	40	6	1,—	4,5	1,5	1,—
Antofilit	3,10	58	10	29	0,2	2	0,3	1,7
Aktinolit	3,10	54	13	17	12	5,2	1,7	

Z powyższych gatunków azbestów jest dostępny i ma obecnie największe znaczenie techniczne radziecki azbest antofilitowy sybertskiego pochodzenia.

Kwasoodporność tego azbestu podajemy w tabeli 2.

Tabela 2
Kwasoodporność azbestu autofilitowego

Rodzaj azbestu	Kwasoodporność przy traktowaniu 25 % kw. solnym w temp. pokojowej			
	Strata w %			
	1 doba	3 doby	7 dób	28 dób
Antofilitowy sybertski	2,9	3,2	3,2	3,3

Azbest autofilitowy przy zastosowaniu do produkcji tworzywa kwasoodpornego powinien odpowiadać następującym warunkom technicznym (11).

1. Zawartość części rozpuszczalnych w 22% HCl ogrzewanym we wrzącej łaźni wodnej w ciągu 24 godz. — w granicach od 17 do 27%.
2. Strat prażenia — od 7 do 11%.
3. Wilgoci maks. — 4%.

Azbest tego rodzaju stosuje się do produkcji tworzywa kwasoodpornego typu „faolit” bezpośrednio tj. bez „wylugowania” części rozpuszczalnych w kwasie solnym.

Niemniej jednak w pewnych wypadkach należy stosować „ługowanie” tych części do pozostawienia około 1—5% części dających się ługować stężonym kwasem solnym na gorąco.

W wypadkach, gdy wymagania kwasoodporności są względnie niższe, można również stosować zwykły handlowy azbest włóknisty po uprzednim częściowym „wylugowaniu” kwasem solnym.

Niżej podajemy wyniki badania kwasoodporności azbestów różnego pochodzenia po traktowaniu w stanie zmielonym w ciągu 2 godzin stęż. kw. solnym (c. wł. 1,19) i temp. wrzącej łaźni wodnej (metoda Ishulla).

Tabela 3
Wyniki badania kwasoodporności azbestów

Rodzaj azbestu	Straty na wadze w %	U w a g i
radziecki handl. szary 02	53,6	Po wylugowaniu włókna tracą wytrzymałość mechaniczną i rozsypują się na proszek.
„ „ „ 13	53,8	
„ „ „ 13	55,2	
„ „ „ 14	54,6	
„ „ „ G 4	53,1	
„ „ „ G 5	54,1	
„ „ „ I 6	53,4	Po wylugowaniu włókna zachowują swoją strukturę i wytrzymałość mech.
chiński szary	53,7	
włoski Nr 2	53,4	
północno-afrykański	16,9	
niebieski		
australijski niebieski	9,5	

Jak widać jedynie ostatnie dwa gatunki azbestów można zaliczyć do kwasoodpornych, ponieważ dają tylko 16,9 i 9,5% strat przy „ługowaniu” kwasem solnym.

a. O c z y s z c z a n i e a z b e s t u

Azbest surowy wydobywany w kopalniach i pakowany do worków jest zanieczyszczony złożem, które należy usunąć. Najprościej da się to osiągnąć przepuszczając azbest przez młyn systemu „Centropleks”, z którego usunięto tzw. ruszt mielący (sita metalowe na całym obwodzie korpusu młyn). Zapobiega się w ten sposób rozdrobnieniu włókien, a więc osłabieniu ich wytrzymałości mechanicznej, o zachowanie której głównie nam chodzi w ciągu całego cyklu produkcyjnego. W czasie przepuszczania przez młyn zanieczyszczenia kamienne jako cięższe opadają na spód skrzyni, podczas gdy włókna azbestowe zostają porwane prądem powietrza przepływającego przez młyn do worka zawieszzonego obok skrzyni odbierającej.

b. R o z w ł ó k n i a n i e a z b e s t u

Azbest naturalny tworzy pasma i wiązki włókien, które należy porozbijać w celu umożliwienia następnego dokładnego „ługowania” kwasem solnym i dalszej impregnacji żywica sztuczną.

Okazało się, że w najprostszy, najkrótszy i najtańszy sposób można to osiągnąć również w czasie wykonywania pierwszej operacji oczyszczania azbestu od kamieni na młynkach systemu „Centropleks”. Dwukrotne przepuszczanie azbestu przez takie młyny jest wystarczające, ażeby uzyskać rozwałkowany azbest w postaci puchu bez osłabienia wytrzymałości mechanicznej włókien. W czasie oczyszczania i rozwałkowania azbestu należy unikać tworzenia się pyłu. Niezależnie od tego należy urządzać wentylację lokalną i ogólną w celu uniknięcia możliwości powstawania zawodowej choroby płuc tzw. „azbestozy”.

Proces ługowania azbestu jest na ogół niełatwy, gdyż wymaga aparatury kwasoodpornej (kotły i wirówki) oraz dużej dokładności w pracy, o ile chodzi o prawie całkowite wylugowanie części rozpuszczalnych w kwasie solnym. Jednokrotne ługowanie tu nie wystarczy, gdyż pozostaje około 5% części niewylugowanych i należy ługować dwu-, a nawet trzykrotnie.

Do „ługowania” należy stosować kotły kwasoodporne, np. emaliowane z miesadłem, płaszczem ogrzewanym i pokrywą.

Azbest ługować należy 20% kwasem solnym w ciągu 24 godz. w temperaturze pokojowej bez miesadła, następnie 8 godz. ogrzewać w temperaturze ok. 90°, rozcieńczyć do 15% i ponownie ogrzewać w ciągu 8 godz w temperaturze 90° i wreszcie pozostawić na 18 godz. w temperaturze do ok. 60° bez mieszania.

Następnie azbest idzie na nucę lub wirówkę kwasoodporną, względnie powleczoną lakierem kwasoodpornym.

Po całkowitym odcieknięciu kwasu z wirówki azbest należy zawrócić w razie potrzeby do powtórnego ługowania 20% kwasem solnym w sposób podobny jak poprzednio. Po odcieknięciu kwasu należy starannie przepłukać azbest na wirówce wodą z kranu aż do całkowitego usunięcia kwasu solnego, co należy sprawdzić za pomocą wskaźnika. Wreszcie należy azbest przepłukać ostatecznie wodą przegotowaną lub jeszcze lepiej destylowaną. Po wyladowaniu azbestu z kosza wirówki należy mokry azbest rozdrobnić, rozłożyć cienką warstwą (20—30 mm) na tacach i suszyć w suszarce zwykłej lub próżniowej do zawartości wilgoci około 1% i kierować do oddziału przygotowania masy.

II Przygotowanie żywicy fenolowo-formaldehydowej

Jako podstawową żywicę rezolową do masy przelotowej wybrano żywicę o składzie podanym niżej. Opracowano dla tej żywicy i następnie uproszczono technologię produkcyjną w sposób następujący:

1. Szybkie ogrzewanie zawartości kotła do temperatury wrzenia ok. 100° mieszaniny fenolu, formaldehydu i amoniaku w ciągu 20—30 min.
2. Utrzymywanie w temperaturze wrzenia 3,5 godzin tj. do silnego zmętnienia.
3. Szybka destylacja pod próżnią około 100 mm Hg w ciągu około 1,5 godz. w temperaturze 50—60°.
4. Szybkie ostudzenie żywicy w kotle do temperatury 20—30°.
5. Oddestylowanie zawsze jednakowej ilości wody.

Żywicę fenolowo-formaldehydową przygotowywać należy w normalnie do tego celu przystosowanych kotłach żelaznych lub kwasoodpornych z płaszczem parowym, miesadłem, chłodnicą zwrotną i destylacyjną, spustem, wziernikami i lejkiem do ładowania.

Żywica przygotowana w powyższy sposób odznacza się płynną konsystencją i posiada następujące własności:

Zawartość wolnego fenolu 17%—19%.

Lepkość ok. 5 000 cP w 20°.

Czas hartowania oznaczony na płytce żelaznej z termometrem w 150° ± 2° 2,5—3,0 min.

Po przechowywaniu w ciągu 6—7 miesięcy żywica posiada własności:

Zawartość wolnego fenolu ok. 13%.

Lepkość cP 15 000—85 000 w 50°.

Czas hartowania od 2,0—3,0 min.

Czas hartowania spada bardzo nieznacznie. Wobec powyższego wartość użytkowa żywicy po dłuższym przechowywaniu nie ulega zasadniczym zmianom.

Natomiast nie mogą być przechowywane dłużej takie żywice, których początkowy czas hartowania tj. świeżo po przygotowywaniu jest krótszy od 1 min. 40 sek, taka żywica bowiem już w stosunkowo krótkim czasie żelatynuje, a więc do produkcji już się nie nadaje.

Bilans materiałowy gotowania żywicy do faolitu

Na 100 kg żywicy

Załadowano kg	Otrzymano
Fenolu krystalicznego 76,9	Żywicy 100,—
Formaldehydu 100% 2,9	Formaldehydu w destylacji 0,8
Amoniak 100% 0,3	Fenolu w destylacji 0,8
Wody z formaldehydem 51,0	Wody 53,—
Wody z amoniakiem 1,6	Straty 4,2
Razem 158,8	Razem 158,0

III. Przygotowanie surowej masy

Przygotowywanie surowej masy odbywa się w mieszalniku typu Wernera i Pfeiderera, który zaopatrzony jest w płaszcz ogrzewany parą, pokrywę i urządzenia do wywracania w celu wyładowania gotowej masy.

Płaszcz mieszalnika ogrzewa się parą o ciśnieniu nie wyżej 1 atm., w ten sposób aby temperatura masy surowej była w granicach 80—90°.

Surową masę przygotowuje się z następujących składników:

100 cz. wag. żywicy płynnej rezolowej

Od 100 do 130 cz. wag. azbestu lub innych napelnaczy jak mielony grafit, piasek itd.

Od 1 do 2 cz. wag. stearyny.

Surowce łądować należy w następującej kolejności: pokruszoną stearynę najpierw, a po jej stopieniu — żywicę, a następnie małymi porcjami azbest.

Czas mieszania powinien wynosić od 30 do 60 min. zależnie od wielkości ładunku. Mieszać należy przy zamkniętym mieszalniku. Gdy włókna azbestu zostaną całkowicie przepojone żywicą, mieszalnik należy otworzyć w celu wyparowania pewnej części wody kondensacyjnej i nadmiaru wolnego fenolu. Po wyładowaniu masę należy szybko ostudzić przez wyłożenie na stołach obitych blachą cynkową. Ze względu na konieczność utrzymania higienicznych warunków pracy należy zaprowadzić w całym pomieszczeniu bardzo dobrą wentylację i urządzić wyciągi miejscowe.

Otrzymana masa stanowi półprodukt do dalszego przerobu na płyty, rury i armaturę fenolową, wentyle, kurki i pompy kwasoodporne.

IV. Walcowanie masy

Walcowanie masy ma na celu: 1) dalszą jej homogenizację i dokładne zaimpregnowanie włókien azbestu oraz 2) doprowadzenie żywicy znajdującej się w masie ze stanu rezolu do rezytolu, kiedy to żywica staje się już nierozpuszczalna w alkoholu etylowym i jedynie w nim pęcznieje (żelatynuje). Operację tę przeprowadza się na dwuwalcowej maszynie podobnej do stosowanych w przemyśle gumowym. Walce obracają się z różną szybkością, dzięki czemu mają zdolność do mieszania masy przy jednoczesnym zgniataniu jej. Jeden z walców należy utrzymywać w temperaturze około 25—30° przez doprowadzanie wody chłodzącej, w drugi przez doprowadzenie pary wodnej w temperaturze około 80—90°.

Rozstawienie walców należy na początku walcowania utrzymywać w granicach od 1 do 2 mm, a następnie zwiększać w celu uzyskania odpowiedniej grubości płyt. Czas walcowania wynosi od 15 do 30 min. zależnie od ładunku na walcach tj. do chwili, kiedy praktycznie zniknie widoczność gołym okiem poszczególnych włókien azbestu niepowleczonego żywicą. Następnie za pomocą noży na stałe umocowanych na całej długości walców zdejmuje się płytę z walców i kładzie na stole obitym blachą cynkową i posypanym talkiem celem częściowego ostygnięcia przed kalandrowaniem.

V. Formowanie płyt przez kalandrowanie

W celu uzyskania płyt odpowiedniej grubości i wymiarów należy poddawać płytę z walców kalandrowaniu tj. kilkakrotnie przepuszczaniu przez szparę walców ustawionych jeden nad drugim. Płyta zdjęta z walcarki powinna być nieco grubsza, tak ażeby osiągnęła odpowiednie wymiary dopiero po kalandrowaniu.

Płytę jeszcze ciepłą ze stołu przy walcierce umieszcza się na stole przed kalandrem i przepuszcza się na drugą stronę kalandra i z powrotem przy zmianie kierunku obrotów kalandra. Oba walce kalandra muszą posiadać jednakowe ilości obrotów. Przed przepuszczeniem z jednej strony na drugą zmniejsza się szczelinę między walcami aż płyta osiągnie potrzebną grubość. Następnie płyta umieszczona zostaje na specjalnym stole, na którym obcina się brzegi na normalny wymiar handlowy. W ten sposób uzyskuje się surowe płyty do wykładzin i okładzin aparatury. Płyty te produkuje się o różnych grubościach od 5 do 20 mm, długości od 1000 do 2000 mm i szerokości od 700 do 1000 m. Surowe płyty faolitowe są przesypane talkiem i pakowane do skrzyń transportowych. Ażeby otrzymać płyty twarde, należy je po kalandrowaniu poddawać utwardzaniu w piecu hartowniczym, jak podano niżej.

VI. Formowanie rur

Formowanie rur faolitowych odbywa się w wytłaczarkach stosowanych do wytłaczania rur celulozowych, galalitowych lub polichloru winylu. Rury o średnicach mniejszych (do Φ 40 mm) wytłacza się na wytłaczarkach ślimakowych. Rury do Φ 100 mm — na wytłaczarkach tłokowych (nurnikowych), rury zaś powyżej Φ 100 mm są formowane z arkuszy przez zwijanie i łączenie na rdzeniach.

Surową masę z walcarki jeszcze w stanie ogrzanym ładuje się bezpośrednio do wytłaczarek i toczy się rury sposobem ciągłym. Temperatura masy w samej wytłaczarce powinna być w granicach 70—80°, zaś temperatura ustnika w granicach 80—90°. Ogrzewanie wytłaczarki powinno być parowe, zaś ustników elektryczne.

Po wyjściu z ustnika wytłaczarki rury chłodzi się na rdzeniach metalowych, na których następnie idą do utwardzania w piecu hartowniczym.

VII. Formowanie części fasonowych

Formowanie części fasonowych z surowej masy odbywa się na prasach w formach metalowych z następnym utwardzaniem w piecach hartowniczych w tych formach w temperaturach od 100 do 180° w czasie od 1 godziny do 12 godzin w zależności od grubości ścianek i warunków produkcyjnych. Po wyjściu z form wyroby poddaje się dopasowaniu, oczyszczeniu i kontroli szczelności pod ciśnieniem.

VIII. Utwardzanie wyrobów

Wszystkie wyroby faolitowe jak płyty, wykładziny aparatury z płyt, rury, części armatury (jak trójniki, wentyle, krany itd.) muszą być przed użytkowaniem w produkcji poddane procesowi utwardzania w piecach lub innych urządzeniach specjalnych. W tym okresie żywica fenolowo-formaldehydowa przechodzi ze stanu tzw. rezytolu do rezytu czyli w końcowe stadium polimeryzacji cząsteczek, kiedy żywica staje się nierozpuszczalna w żadnym rozpuszczalniku i całkowicie nietopliwa.

Proces ten wymaga specjalnej kontroli i przeprowadza się przeważnie w zakładzie produkującym wyroby faolitowe. Do tego celu służą głównie piece hartownicze ogrzewane parą lub elektrycznie z dokładną regulacją temperatury od 60 do 180°, zależnie od rodzaju wyrobu, oraz w czasie od 1 do 30 godzin, zależnie od grubości i rodzaju wyrobu. Wyroby w stanie surowym w postaci płyt umieszcza się na blachach, rury na rdzeniach i różnego rodzaju kształtki w formach metalowych. Następnie wszystko układa się na wózkach i wprowadza się do pieca. Temperaturę należy bardzo wolno podnosić i po osiągnięciu granicznej temperatury dla danych wyrobów stosunkowo wolno studzić.

IX. Lakierowanie wyrobów i utwardzanie lakieru

Lakierowanie utwardzonych wyrobów ma na celu: 1) zwiększenie chemoodporności; 2) poprawę wyglądu estetycznego wyrobów; 3) ułatwienie konserwacji i higieny.

Przekonano się, że płyty lakierowane są odporniejsze przynajmniej o 50% na kwas solny stężony.

Przed lakierowaniem należy wyroby oczyścić, wykończyć i dopasować całkowicie. Lakierowanie polega na powlekanii wyrobów w sposób dowolny jak zanurzanie, przy pomocy pędzla i natryskiwanie 50—60% roztworem spirytusowym specjalnej żywicy rezolowej o mniejszej zawartości wolnego fenolu. Po powleczeniu wyroby muszą w ciągu kilku godzin pozostać na wolnym powietrzu, po czym należy lakierowaną powierzchnię poddać utwardzeniu podobnie jak same wyroby w piecu hartowniczym w granicach od 110° do 130° w czasie krótszym niż przy hartowaniu.

tj. ok. 1 doby, przy czym również w tym wypadku należy stopniowo podnosić temperaturę.

X. Użytkowanie i zastosowanie wyrobów faolitowych

Tworzywo kwasoodporne pod nazwą faolitu produkowane jest w 3 zasadniczych gatunkach:

1. Faolit azbestowy
2. „ grafitowy
3. „ piaskowy.

Faolit azbestowy. Jest tworzywem najbardziej wszechstronnie stosowanym zarówno do płyt do wykla-

dzin i okładzin aparatury chemicznej, jak reaktory, mieszadła, pompy, zbiorniki, do rur, kolanek, trójników, kranów, wentyli. Arkusze utwardzonego faolitu służą do budowy aparatów, zbiorników, wanien itp.

Graniczna temperatura użytkowania faolitu wynosi 130—140°. Faolit ten dobrze daje się obrabiać mechanicznie.

Faolit grafitowy. Posiada większe przewodnictwo cieplne i używa się głównie do budowy chłodziw. Sam faolit jest bardzo kruchy i trudny w obróbce mechanicznej natomiast posiada znacznie większą kwasoodporność.

Faolit piaskowy. Zawiera w sobie jako wypełniacz mielony piasek. Pod względem mechanicznym odpor-

Tablica 4

Kwasoodporność prób faolitowych na radzieckim azbeście handlowym

L. p.	Nr próby	Rodzaj tworzywa	Grubość płytki	Czas ogrz. do przebiccia godz.	Rodzaj azbestu
1.	3	Próba nr 6 faolitu nr 6 na azbeście handlowym J5 nieługowanym surowym	1,5	8,30	azbest nieługowany o zawartości części rozpuszczaln. w HCl stęż. 48%
2.	5	Próba nr 12 faolitu na azbeście j.w. część. wylugowanym	0,7	32,30	Azbest j.w. 48% wylugowano 10,9 pozost. części rozpuszcz. w HCl stęż. 37,1
3.	6	Próba nr 7 faolitu na azbeście j.w. wylugowanym w stopniu zwiększonym.	1,1	powyżej 82.00 przebiccie jeszcze nie nastąpiło	Azbest j.w. 48% wylugowano 27,2% pozostało części rozp. w HCl stęż. 20,8%

U w a g i:

1. Zwyczajny radziecki azbest handlowy ze znakiem J5 w miarę wylugowania kwasem solnym zwiększa swą kwasoodporność.

2. Azbest niecałkowicie wylugowany z zawartością 20,8% części rozpuszczalnych w stężonym HCl jest już materiałem w dużym stopniu kwasoodpornym.

3. Przy podanych wyżej stopniach wylugowania azbest J5 nie traci przy tym swej wytrzymałości mechanicznej.

Tablica 5

Kwasoodporność faolitu z kwasoodpornym niebieskim azbestem afrykańskim

L.p.	Nr próby	Rodzaj tworzywa	Grubość płytki	Czas ogrz. do przebiccia godz.	Rodzaj azbestu
4.	7	Próba nr 8 faolitu na azbeście niebieskim kwasoodpornym nieługowanym ręcznie rozpulchnionym	1,4	55.00	Azbest o zawart. części rozpuszcz. w HCl stęż. 19,0%
5.	15	Próba faolitu z półtechniki, płytka z masy wykonana w laboratorium	1,2	96,30	Azbest j.w. 19,0% Wylugowano 13,1% Pozostało części rozp. w HCl stęż. 5,9%
6.	8	Próba faolitu nr 9 na azbeście niebieskim lutowanym ręcznie rozpulchnionym.	1,4	powyżej 133 bez przebiccia	Azbest j.w. 19,0% Wylugowano 8,0% Pozostało 11,0%

Tablica 6

Zależność kwasoodporności faolitu od sposobu przygotowania masy

L.p.	Nr próby	Rodzaj tworzywa	Grub. płytki	Czas ogrz. do przebiccia w godz.	Rodzaj azbestu
7.	11	Próba faolitu z półtechniki Płyta 1 mm	1,0	26,00	Rozp. azbestu w stęż. HCl 19,0% wylugowano 13,1% Pozostało nie wylugowanych części 5,9%
8.	15	Próba faolitu z półtechniki, płytka 1,2 mm wykonana z tej samej masy lecz w laboratorium	1,2	96,30	jak wyżej

U w a g i:

1. Faolit wykonany z tego samego rodzaju azbestu i żywicy lecz w różnych warunkach wykazuje zupełnie różny stopień kwasoodporności.

2. Dokładniejsze wykonanie tworzywa — próba nr 15 — wykazuje większą

wiada faolitowi azbestowemu, lecz przewyższa oba także pod względem odporności na temperatury. Faolit ten posiada bardzo dobre własności dielektryczne i dlatego nadaje się również do produkcji tablic rozdzielczych.

W celu porównania wykonano badania kwasoodporności różnego rodzaju tworzyw chemoodpornych z wynikiem, który podano w tablicy 7.

Tablica 7
Badanie kwasoodporności różnego rodzaju tworzyw chemoodpornych

L.p.	Nr próby	Rodzaj tworzywa	Grub. płytki	Czas ogrz. do przebicia w godz.	U w a g i
9	34	Próba żywicy bakelitowej, tworzywo bez wypełniacza	1,0	52,00	
10	5	Tworzywo warstwowe bakel. z tkaniną włókna szklanego	0,8	34,00	
11	12	Haveg 41-azbestowy	2,0	12,00	Płytki wzorcowa z NRD
12	13	Alciphen	2,0	7,30	Próbka wzorcowa z NRD
13	14 17	Haveg 43-grafitowy	1,7	powyżej 221 godz. bez przebicia	Próbka wzorcowa z NRD
14	18	Faolit azbestowo-szkłano-grafitowy	2,0	44	Próbka z półtechnicznej produkcji CSR
15	27	Tworzywo węglowe karbat twardy	5,4	3,30	Próbne tworzywo krajowe

U w a g i:

1. Żywica bakelitowa bez wypełniacza jako tworzywo jest względnie kwasoodporna.

2. Tworzywo warstwowe bakelitowe z tkaniną szklaną jest mniej odporne wobec nietrwałości mechanicznej włókna. Pasma włókien szklanych popękały w trakcie badania.

3. Znamienny jest bardzo krótki czas przebicia Havegu 41 i Alciphen. Widoczna jest tu nawet okiem nieuzbrojonym niejednorodność tych tworzyw, włókna azbestu nie całkowicie przepojone żywicą.

4. Nadzwyczajnie natomiast odporne jest grafitowe tworzywo Haveg 43 — powyżej 221 godzin bez przebicia i zmian na powierzchni.

5. Faolit próbny produkcji czechosłowackiej jest względnie odporny. Widoczna jest jednak niejednorodność samej masy podobnie jak i Havegu 41.

6. Tworzywo węglowe tzw. „karbat” twarde wytrzymało próbę w aparacie z kwasem solnym stężonym ogrzewanym w temperaturze około 80–90° tylko 3,30 godz. co wskazuje na przepuszczalność struktury tworzywa.

Zbadano również odporność chemiczną jednej z prób faolitowych na szereg chemikali z wynikiem jak na tablicy 8.

Tablica 8

Badanie chemoodporności faolitu próby nr 15 (o przeciętnych własnościach chemoodpornych)

Lp.	Nr próby	Rodzaj środowiska agresywnego	Grubość płytki	Czas ogrzewania do przebicia w godz.	Zmiany na wadze kształtek 60 x 15 x 10 po ogrzaniu przez godz. w %.		
					6	12	18
16	28	HCl stęż. ogrzew. w temp. 85–90°	0,9	34,30	+ 0,26/ + 0,35/	+ 0,31 + 0,43	+ 0,19/ + 0,27
17	29	jak wyżej — powtórzenie	0,9	40,00	„ „	„ „	„ „
18	30	Kwas siarkowy 50% w temp. 85–90°	0,9	48,30	+ 0,15/ + 0,07/	+ 0,11 + 0,20	+ 0,16/ + 0,05/
19	31	Kwas octowy lodowaty w temp. 85–90°	0,9	30,30	+ 0,37/ + 0,39/	+ 0,38 + 0,83	+ 1,07/ + 1,12/
20	32	Fenol krystal. w temp. ok. 100°	0,9	4,00	+ 1,20/ + 0,99/	+ 1,09 + 1,40	+ 2,10/ + 1,90/
21	33	Amoniak 19,4% w temp. w 80°	0,9	8,15	+ 0,25/ + 0,14/	+ 0,20 + 0,45	+ 0,77/ + 0,47/
22	—	Woda destylowana	—	—	+ 0,12/ + 0,11/	+ 0,115 + 0,255	+ 0,65/ + 0,35/

U w a g i:

1. W próbie nr 15 najbardziej odporny na działanie 50% kwasu siarkowego jest faolit — czas do przebicia wynosi 48,5 godz. Również tu jest najmniejszy przyrost na wadze zarówno na początku, jak i po 18 godzinach ogrzewania na łaźni wodnej.

2. Drugie miejsce pod względem odporności zajmuje kwas solny stężony, 34,5 i 40 godz. Przyrost na wadze: 0,31 → 0,43 → 0,27 jest również najmniejszy i wyrównany przez cały czas od 6 do 18 godzin.

3. Trzecie miejsce przypada na kwas octowy: 30,5 godz. przy wzro-

4. Na czwartym miejscu z kolei znajduje się stężony amoniak — 8,15 godz. który aczkolwiek na początku wykazuje stosunkowo mały przyrost na wadze, lecz już po 18 godzinach posiada przyrost największy spośród pierwszych trzech tj. — 0,62%.

5. Najmniej odporny jest faolit na działanie fenolu, który już po 4 godzinach przebija płytkę i ma największe liczby przyrostu na wadze, bo od 1 do 2% w ciągu 18 godzin.

6. Dla porównania podane są wyniki chłonności wody destylowanej przez to samo tworzywo. Przyrost na wadze, jak widać jest regularny i wcale nie jest mały, bo po 18 godzinach dochodzi do

T a b l i c a 9
Badanie wytrzymałości mechanicznych i cieplnych różnych prób faolitu

Lp.	R o d z a j t w o r z y w a	Wytrzymałość			Kwaso- odporność godz.
		Udarność cm kg/cm ²	Zginanie statyczne kg/cm ²	cieplna pg Martensa °C	
1	Próba nr 12, azbest J5 częściowo wylugowany (37, 1% części rozp. w HCl stęż.)	3,3	591	151	32,5
2	Próba nr 7, azbest J5 część. wylugowany (20,8% części rozp. w HCl stęż.)	3,4	725	152	powyżej 82
3	Próba nr 13, azbest J5 dwukrotnie ługowany (7,1% części rozp. w HCl stęż.)	2,4	376	161	—
4	Próba nr 8, azbest kwasoodporny niebieski ręcznie rozwiłkniany (19% części rozpuszcz. w HCl stęż.)	3,0	505	—	53
5	Próba nr 9, azbest kwasoodporny nieb. ręcznie rozwiłkniany ługowany (11% części rozpuszcz. w stęż. HCl)	4,8	889	129	powyżej 133
6	Próba masy z półtechn. Próba uformowana i próbne kształtki utwardzone w laboratorium. Azbest 1 raz rozwiłkniany na młynie i 1 raz ługowany (0,59% części rozp. w stęż. HCl)	3,7	634	203	96,5
7	Próba nr 11, azbest niebieski, 2 razy rozwiłkniany w młynie i raz ługowany (2,9% części rozp. w HCl stęż.)	3,8	676	157	56,5
8	Próba nr 14, azbest niebieski z półtechniki, powtórnie ługowany i faolit wykonany w laboratorium. (2,3% części rozp. w HCl stęż.)	4,0	577	173	64
9	Próba nr 15, azbest niebieski 2 razy rozwiłkniany na młynie i 2 razy ługowany. (0,45% części rozp. w stęż. HCl). Ze zwiększoną ilością azbestu.	3,8	508	157	34,5

F a o l i t s u r o w y w postaci płyt grubości od 5 do 12 mm, dług. od 1000 do 2000 mm, szer. od 70 do 1000 jest stosowany poza wytwórniami faolitu do rozmaitych celów, jak wykładziny aparatury, okładziny mieszadeł i innych części aparatów. Płyty faolitowe surowe są termoplastyczne i mogą być przechowywane przez dłuższy czas. Przed użytkowaniem należy płytę zagzać do temperatury ok. 60°. Płyta staje się wtedy miękka i plastyczna i można ją stosować jako wykładzinę i okładzinę aparatury. Łączenie płyt można wykonywać za pomocą strumienia gorącego powietrza, jak przy spawaniu płyt z twardego polichlorku winylu (winiduru). Po ukończeniu prac z płytami faolitowymi należy płyty uformowane na przedmiotach poddać stopniowemu utwardzaniu przez stopniowe ogrzewanie w ciągu około 30 godzin do temperatury 130—140°. Pożądane jest jeszcze pokrycie powierzchni faolitu lakierem i ponowne utwardzenie lakieru, jak podano wyżej.

Gotowy lakier dostarcza wytwórnia faolitu.

Inne wyroby poza surowymi płytami wytwórnia faolitu dostarcza odbiorcom w postaci utwardzonej.

XI. Badanie chemoodporności faolitu

Przy opracowywaniu tworzyw rodzaju faolitu korzystaliśmy z metody badania chemoodporności organicznych tworzyw sztucznych, opracowanej przez nas specjalnie do tego celu i opisaną w „Przemysle Chemicznym” (32)IX, 404 (1953).

Zastosowanie powyższej metody pozwoliło nam na stosunkowo szybką orientację dotyczącą stopnia kwasoodporności różnych prób tworzyw w toku opracowywania, orientowało o dalszym kierunku prac i pozwoliło na znaczne przyspieszenie opracowania tego tematu.

Metoda polega na poddawaniu płytki danego tworzywa grubości około 1 mm działaniu określonego środowiska agresywnego tylko z jednej strony powierzchni. Druga strona płytki znajduje się pod działaniem wrzącej wody destylowa-

nej ze wskaźnikiem jak np. oranż metylowy. Czas od chwili rozpoczęcia badania do chwili przeniknięcia danego kwasu przez płytkę (przebiecie płytki), sygnalizowanej zmianą barwy wskaźnika, jest miarą kwasoodporności i szczelności strukturalnej danego tworzywa w danym ośrodku agresywnym.

Niżej w tablicach, podane są wyniki badań przy wykorzystaniu powyższej metody w czasie opracowywania tworzywa faolitowego.

Z powyższych badań wynika, że nowa metoda badań chemoodporności organicznych tworzyw sztucznych daje podstawę do właściwej oceny tych tworzyw pod względem stopnia przydatności do budowy aparatury chemoodpornej.

XII. Badanie własności mechanicznych i cieplnych faolitu

W toku prac nad faolitami zostały równolegle zbadane własności mechaniczne i cieplne poszczególnych prób uwiarygodnione na tablicy 9.

Z tych orientacyjnych badań wynika, że wytrzymałość mechaniczna i cieplna zależy od rodzaju azbestu, jego stopnia wylugowania i technologii tworzywa.

Obecny stan prac przygotowawczych pozwala na uruchomienie produkcji faolitu. Już na początku III kwartału br. planowane przez Zarząd Tworzyw Sztucznych Min. Przem. Chemicznego jest uruchomienie w pierwszym rzędzie produkcji płyt faolitowych surowych do wykładania aparatury chemicznej i utwardzanych do budowy aparatury chemoodpornej.

Uwaga: Podane badania nie odnosiły się do faolitu, lecz do polskiego tworzywa (fenolitu). Otrzymano 13.V.54.

Literatura

1. H. Lebach, Z. angew. Chemie, **38**, 1091 (1925)
2. Arnstädter, Malzfabrik, Pat. niem. 304.319, 1916 r.
305.179, 1916 r.
307.699, 1918 r.

3. J. K. Wirth, Chem. Ztg. 51, 349 (1927)
4. Johann Wirth Pat. niem. 346. 570, 1920
348. 618, 1920
350. 819, 1921
359. 226, 1921
5. Saureschutz Ges., Berlin, Pat. niem. 420. 338, 1924 r.
6. Carl ten Doornkaat-Koolman, Pat. niem. 483. 527, 1925 r.
7. I. J. Farbenindustrie, Pat. niem. 497. 056, 1926 r.
8. Haveg, I. K. Wirth, Chem. Ztg., 49, 653, 1925 r.
9. I. S. Pietrow, B. N. Rutkowski i I. P. Łosiew. Technologia syntetycznych smoł i plastikowych mas, Moskwa 1946
10. J. Schreiber, Chimia i technologia iskustwiennych smoł, Moskwa 1946
11. J. A. Jegorow i M. J. Nazarowa „Faolit”, Moskwa 1946
12. K. A. Polakow, Niemietaliczeskije chemiczeski stojkije materiały, Moskwa 1952

Syntetyczne kleje do drewna

I. Bursztyn

674.028.9:679.562.1:679.546

Instytut Tworzyw Sztucznych

Podano kierunki rozwojowe klejów syntetycznych używanych do drewna w kraju i za granicą. Stosunek zużycia klejów fenolowych do mocznikowych kształtuje się obecnie na świecie jak 1 do 12, u nas — jak 1 do 100. Poddano krytycznej ocenie stosowany w większości krajów stosunek molowy mocznika do formaliny. Wyjaśniono działanie katalizatora w produkcji klejów mocznikowo-formaldehydowych, omówiono warunki, jakim te kleje powinny odpowiadać. Omówiono technikę klejenia i proces klejenia na zimno dla potrzeb budownictwa z użyciem niektórych kwasów organicznych w charakterze katalizatorów.

Изложены направления развития синтетических клеев для древесины, употребляемых в Польше и за границей. Мировое использование фенольных клеев по отношению к мочевиным клеям выражается числами 1:12, у нас — 1:100. Изложен критический анализ применяемого в большинстве стран молярного отношения мочевины к формалину. Выяснено действие катализатора в продукции мочевино-формальдегидных клеев и рассмотрены условия, какие эти клеи должны исполнять. Изложена техника склеивания и процесс склеивания без нагрева для нужд строительства с употреблением некоторых органических кислот в качестве катализаторов.

Development of synthetic glues for wood in Poland and abroad has been discussed. The ratio of phenolic to urea glues is 1:12 abroad and 1:100 in our country. A critical analysis of the molar ratio of urea/formaldehyde used in glues has been given. The mechanism of work of the catalyst used in urea formaldehyde glue production has been explained and the conditions laid upon these glues have been discussed. The process of gluing wood in the building industry and the application of catalysts, particularly organic acids, in the process of cold gluing have been described.

Syntetyczne kleje do drewna pojawiły się jako produkcja towarowa w okresie I wojny światowej. Były to alkaliczne kondensaty fenolu z formaliną używane prawie wyłącznie do produkcji sklejek zamiast kazeiny lub albuminy. W Polsce zaczęto stosować te kleje na bardzo ograniczoną skalę, a w latach dwudziestych uruchomiono drobną, chałupniczą raczej niż wielkoprzemysłową produkcję klejów fenolowych.

W latach trzydziestych zaczęto w Związku Radzieckim i w Niemczech stosować kleje mocznikowe jako tańsze i łatwiejsze w użyciu. Bardzo szybko stwierdzono ogromne zalety klejów syntetycznych w stosunku do klejów naturalnych.

Zalety te wyrażały się w odporności na działanie wody, odporności na działanie niekorzystnych wpływów biologicznych (klej kazeinowy czy albuminowy jest atakowany przez insekty) a także w łatwości stosowania, zmniejszeniu pochłonności i obniżeniu kosztów własnych na jednostkę produktu.

Odporność na działanie wody klejów syntetycznych spowodowała głębokie zmiany w dziedzinie konstrukcji drewnianych. Drewno jest materiałem anizotropowym, co występuje szczególnie wyraźnie pod wpływem wody. Zjawiska właściwej drewnu mniejszej wytrzymałości w kierunku prostopadłym do włókien, znacznego pęcznienia pod wpływem wilgoci w kierunku poprzecznym itd. zostały przez stosowanie klejów syntetycznych w takich ustrójach jak np. sklejkę praktycznie zlikwidowane. Bezpośrednio po wojnie rozpoczęto u nas na małą skalę produkcję różnych klejów syntetycznych zarówno fenolowych jak i mocznikowych.

Pionierskie zasługi w dziedzinie pierwszych kondensacji ma prof. Perkitny, który nie tylko produkował w ograniczonym zakresie kleje syntetyczne, ale umiejętnie je stosował w fabryce sklejek w Bydgoszczy. Prof. Rabek z Politechniki Wrocławskiej opracował dla przemysłu chemicznego technologię kondensacji klejów mocznikowych. Na podstawie tej dokumentacji Zakłady Chemiczne w Pustkowie wyprodukowały w latach 1951 — 1953 pewną ilość klejów mocznikowych. Przemysł drzewny nie był jednak w zupełności zadowolony z wyrobów Pustkowa.

Niedostateczne opracowanie procesu technologicznego było prawdopodobnie skutkiem niedostatecznego teoretycznego wyjaśnienia mechanizmu działania katalizatora przez pierwszych autorów klejów syntetycznych w Polsce oraz niedostatecznej dyscypliny technologicznej w Zakładach w Pustkowie. Brak

kowych w przemyśle drzewnym nie sprzyjał również szerszemu rozpowszechnieniu tych klejów.

Spróbujemy wyjaśnić niektóre zagadnienia dotyczące produkcji klejów i ich stosowania. Na wstępie trzeba sobie zdać sprawę z nomenklatury klejów i z zasięgu ich stosowności.

W ostatnim dziesięciu lat, prawdopodobnie z powodu znacznego obniżenia kosztu mocznika i z powodu deficytu fenolu, tempo rozwoju produkcji klejów mocznikowych bardzo znacznie przewyższa tempo rozwoju produkcji klejów fenolowych. W chwili obecnej ilościowy stosunek wzajemny produkcji klejów fenolowych do klejów mocznikowych na świecie stanowi około 1 : 12. U nas stosunek ten w chwili obecnej (kwiecień 1954) kształtuje się mniej więcej jak 1 : 100.

Stosunek ten nie jest bynajmniej uwarunkowany trudnościami surowcowymi. Mamy jak powszechnie wiadomo własny fenol, a importujemy chwilowo mocznik. Nie jest też uwarunkowany trudnościami technologicznymi ani inwestycyjnymi. Na tej samej aparaturze i w podobnym procesie technologicznym można produkować zarówno kleje fenolowe jak i mocznikowe. Nie chodzi tu również o rozpiętość cen, gdyż wysoka cena formaliny sztucznie wyrównuje ceny klejów fenolowych i mocznikowych. Wydaje się że kierunek, w którym się u nas rozwija produkcja klejów syntetycznych dla drewna, jest uzasadniony zarówno pod względem technicznym jak i gospodarczym. Z interpolacji krzywych światowego tempa rozwoju produkcji klejów mocznikowych i fenolowych wynika, że mniej więcej w r. 1970 stosunek wzajemny produkcji tych klejów będzie się kształtował podobnie, jak u nas w chwili obecnej.

Nie jest to wcale przypadkiem, że nie mając żadnych albo prawie żadnych obciążeń i złych tradycji przodujemy pod względem kierunku rozwoju. Jedyną i zasadniczą różnicę między klejem fenolowym a mocznikowym stanowi to, że kleje fenolowe są odporne na wodę (nie tylko w normalnej temperaturze, ale także w temperaturze wrzenia), względnie na parę wodną. Kleje mocznikowe nie wytrzymują działania wrzącej wody, są odporne tylko na wodę w normalnej temperaturze.

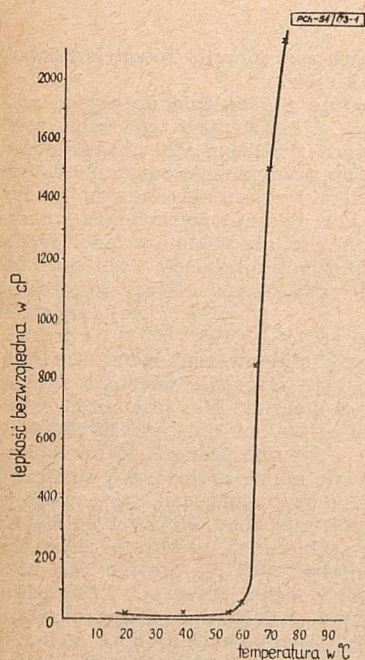
Odporność na działanie wrzącej wody wymagana jest tylko wyjątkowo. Tam gdzie sklejonny ustrój poddawany jest działaniu pary wodnej (np. w produkcji mebli giętych, części samolotów itp.) nieodzowne są kleje fenolowe. We wszystkich innych przypadkach, gdzie chodzi o odporność na wodę w temperaturze do 40—50°C, kleje mocznikowe doskonale spełniają

mocznikowych jako głównego kleju w przemyśle drzewnym. Poza klejami fenolowymi i mocznikowymi używa się w przodujących krajach w nieznacznych ilościach klejów melaminowych i rezorcynolowych. Obie te grupy klejów podobnie jak kleje fenolowe są odporne na działanie wrzącej wody, względnie pary wodnej. Ze względu na dużą przewagę produkcji klejów mocznikowych w stosunku do innych klejów syntetycznych należy omówić je bardziej szczegółowo.

Klej mocznikowy powstaje przez kondensację mocznika z formaldehydem w różnych stosunkach molowych. Najpowszechniej jednak przyjętym stosunkiem molowym jest teoretyczny, gdzie punktem wyjścia jest dwumetylomocznik. Stosunek ten $m : f = 1 : 2$ jest obecnie stosowany w wielu krajach, a między innymi i u nas. Im wyższy stosunek molowy formaliny do mocznika, tym łatwiej jest kierować procesem kondensacji i tym dłuższa jest „żywność”, tj. możliwość magazynowania żywicy; w wielu krajach produkowane są dlatego niektóre kleje mocznikowe o molowym stosunku wyższym nawet niż $1 : 2$.

Blizsze badania wykazały jednak, że stosunek składników kleju mocznikowego wygodny dla producenta nie jest najlepszy z punktu widzenia użytkownika kleju. Jak wiadomo dla utwardzenia żywicy mocznikowych używa się najczęściej katalizatorów w postaci nieorganicznych soli amonowych, przede wszystkim chlorku amonowego.

Powszechnie przyjęty był pogląd, że działanie chlorku amonowego polega na jego rozkładzie w podwyższonej temperaturze prasy, przez co uwalnia się zależnie od wysokości temperatury odpowiednia ilość kwasu solnego i uzyskuje się pożądaną dla utwardzenia stężenie jonów wodorowych. Okazuje się jednak, że dodatek chlorku amonu również przy niskich temperaturach utwardza żywice. Mechanizm działania chlorku amonowego nie polega na jego rozkładzie w wyższej temperaturze, ale na reakcji wiązania amonu przez wolny formaldehyd w żywicy, w wyniku czego uwolniony kwas solny przyspiesza utwardzanie żywicy. Podwyższona temperatura przyspiesza proces rozkładu chlorku amonu, ale przebiega on,



Rys. 1. Zmiany lepkości zawiesiny wodnej kłajstru z krochmalu ziemniaczanego w zależności od temperatury

jak wiadomo, i w niższych temperaturach choć wolniej. Stosunek molowy mocznika do formaldehydu w żywicy mocznikowej ($1 : 2$), aczkolwiek teoretycznie zupełnie prawidłowy, w praktyce zostawia w żywicy pewną ilość wolnego formaldehydu zdolnego do reakcji z chlorkiem amonu.

Czas używalności kleju po dodaniu do niego katalizatora jest więc odwrotnie proporcjonalny do ilości wolnego formaldehydu w żywicy, w związku z tym należy dbać, aby ilość ta była jak najmniejsza. Z drugiej strony jednak znaczne są trudności kondensacji żywicy o niskim stosunku molowym, prace nasze szły więc w kierunku rozsądnego kompromisu. Ustaliliśmy, że takim kompromisem będą żywice o stosunku molowym $1 : 1,9 - 1,95$. Przy takim stosunku kondensacja jeszcze nie jest znacznie utrudniona, a osiąga się znaczny efekt, jeżeli idzie o trwałość wobec katalizatora. Tak np. żywica o stosunku molowym $1 : 2$ żeluje przy dodatku 2% chlorku amonu w ciągu 50 minut w temperaturze 200°C przy ciśnieniu

o stosunku molowym $1 : 1,90$ w tych samych warunkach żeluje po 80 minutach.

Z tych wąskich stosunkowo granic tolerancji stosunku molowego wynika konieczność bardzo ścisłego przestrzegania przepisów technologicznych, sztywnej dyscypliny, konieczność stosowania formaldehydu o określonym średnim składzie i bardzo dokładnej kontroli końcowej produktu po wyparowaniu nadmiaru wody. Dalszym ważnym zagadnieniem jest żywotność kleju bez dodatku katalizatora.

Wspomnieliśmy już o tym, że odpada ustalanie dłuższej żywotności żywicy przez wysoki stosunek molowy składników. Należy więc dbać o maksymalne uwzględnienie innych parametrów przedłużających żywotność kleju. Parametrami tymi są: 1) końcowe pH, z którym klej opuszcza wytwórnice, 2) odparowanie wody w warunkach możliwie wysokiej próżni i przy możliwie niskiej temperaturze.

Gwarantowana używalność kleju nie powinna być niższa niż 3 miesiące, a może to być tylko przy pH bliskim 7. Próby przeprowadzone w ITS wskazują na to, że pH winno leżeć w granicach $7,2 - 7,4$. Wiele partii kleju wykazywało pH odbiegające od tej normy. W związku z tym żywotność kleju wahała się, w zależności od warunków magazynowania, od 2 do 6 tygodni.

Co się tyczy ceny kleju mocznikowego, to wspomnieliśmy już o tym, że niezwykle wysoka cena formaliny jest jednym z najważniejszych hamulców nałożonych na rozwój przemysłu mas plastycznych w Polsce. W specjalnie wysokim stopniu znajduje to odbicie w klejach mocznikowych, gdzie formalinę używa się w wyższych stosunkach molowych niż np. w tłoczywach mocznikowych. Z tej wysokiej ceny formaliny pochodzi bardzo wysoka cena kleju mocznikowego (rzędu 12.000 zł za tonę).

Cena ta w porównaniu z cenami innych kluczowych produktów przemysłowych jest prawdopodobnie najwyższa na świecie. Fakt, że pomimo tych naprawdę przesadnie wysokich cen przemysł drzewny domaga się kleju mocznikowego w ilościach wzrastających z roku na rok, dowodzi jak niezbędnym surowcem dla naszego przemysłu drzewnego stały się w okresie ostatnich dwóch lat żywice mocznikowe.

Klej mocznikowy używany do produkcji sklejek na gorących prasach musi zawierać składnik pęczniący w wyższej temperaturze. Klej nie zawierający takiego składnika w warunkach temperatury $70^{\circ}\text{C} - 100^{\circ}\text{C}$ w spoinie klejowej traci szybko na lepkości, przenika fornier i mamy do czynienia raczej nie z procesem klejenia, lecz z procesem impregnacji drewna. Takim napelniaczem dla kleju mocznikowego jest najczęściej mączka lub krochmal, który w normalnej temperaturze istnieje jako zawiesina w kleju, a w temperaturze podwyższonej daje kłajster podnosząc gwałtownie lepkość kleju i nie pozwalając mu na przenikanie w głąb fornieru.

Z różnych badanych napelniaczy najlepiej nadaje się dla naszych potrzeb krochmal ziemniaczany, którego mamy pod dostatkiem, a którego krzywa kłajstrowania podana jest na wykresie (rys. 1). Zawiesina $5\% - 10\%$ obojętnego krochmalu ziemniaczanego spełnia rolę zabezpieczenia fornieru przed impregnacją. Przy stosowaniu kleju mocznikowego na zimno, o czym będzie jeszcze mowa, stosowanie pęczniącego napelniacza jest zbędne, ponieważ lepkość żywicy nie obniża się w procesie klejenia.

Pozostaje do omówienia sprawa katalizatora, istotnego elementu w procesie klejenia. W procesie klejenia w prasie katalizator jest dodawany do kleju. Jest rzeczą ogromnie ważną, aby katalizator w gorącej prasie w czasie możliwie najkrótszym utwardzał klej, a jednocześnie aby używalność kleju zmieszanego z katalizatorem była długa. Opracowano recepturę katalizatora, który zapewnia odpowiednio szybkie hartowanie żywicy w prasie przy odpowiednio długiej jej używalności.

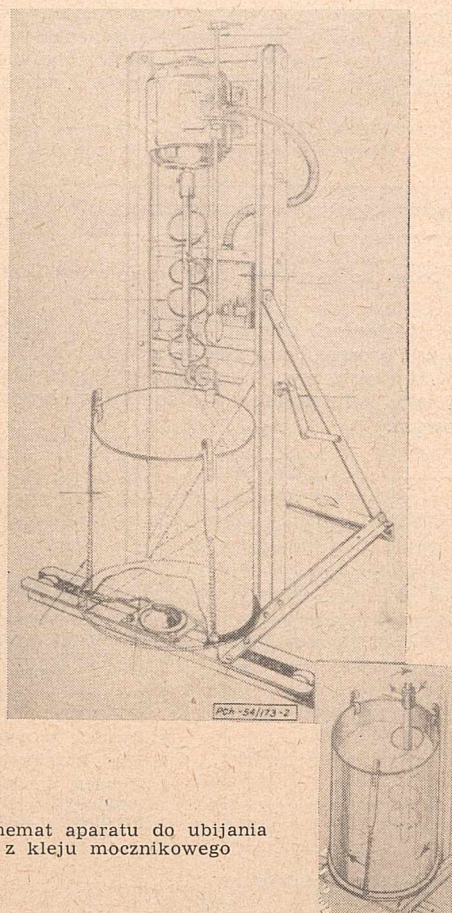
Zasadą tej receptury jest dodawanie odpowiednich ilości opóźniaczy, jak np. amoniaku, mocznika itp., tak aby w normalnej temperaturze wolna formalina nie wyzwalala kwasu solnego. W chwili obecnej potrafimy zapewnić używalność żywicy zmieszanej z katalizatorem na okres 8 godzin, tj. na okres jednej zmiany przy niezmiennym czasie hartowania w prasach.

Na obecnym etapie rozwoju krajowych klejów mocznikowych można postawić następujące postulaty dla tych produktów:

- 1) Klej winien być jednorodny bez osadów i mechanicznych zanieczyszczeń.
- 2) Ilość wody w kleju przy suszeniu do stałej wagi w temperaturze 105°C nie powinna przekraczać 35% .

- 3) Lepkość kleju magazynowanego w temperaturze nie przekraczającej 20°C nie powinna się w zasadzie zmieniać w ciągu 3 miesięcy.
- 4) Klej zmieszany z katalizatorem zbuforowanym nie powinien żelować w ciągu 8 godzin.
- 5) Hartowanie z katalizatorem powinno zachodzić w gorącej prasie w ciągu 3 minut z doliczeniem po 1 minucie na każdy milimetr grubości sklejk. Np. sklejka o grubości 4 mm winna być sklejona w ciągu 6 minut przy temperaturze prasy 110°C.
- 6) Próby na rozrywanie (ściananie) sklejonych deszczulek winny zarówno w stanie suchym jak i po nawilżeniu (przez moczenie w ciągu 6 godzin w wodzie o temperaturze 20°C) dawać zawsze uszkodzenie deszczulki, a nie spoiny klejowej.
- 7) Wszystkie przez fabrykę chemiczną dostarczone partie kleju powinny mieć stałe i niezmiennie własności.

Ze względu na wysokie ceny kleju należałoby tak kierować badania, aby zużycie kleju na jednostkę powierzchni było jak najmniejsze. Obecny rozchód kleju ocenia się u nas na 150—300 g/m². Oczywiście im gładsza i czystsza powierzchnia, tym mniejszy będzie ten rozchód. Znamy jednak wiele wypadków, kiedy nawet przy dobrze przygotowanej powierzchni zużycie kleju na jednostkę powierzchni jest za duże. Jedną z metod oszczędnościowego używania jest spienianie kleju. Maszyna do przygotowania piany klejowej jest stosunkowo prosta jak to widać na schemacie (rys. 2). Przez dodanie do kleju środka obniżającego napięcie powierzchniowe (np. z 70 do 35 dyn) można w ciągu kilku minut osiągnąć podwojenie objętości kleju przez nadanie mu postaci piany.



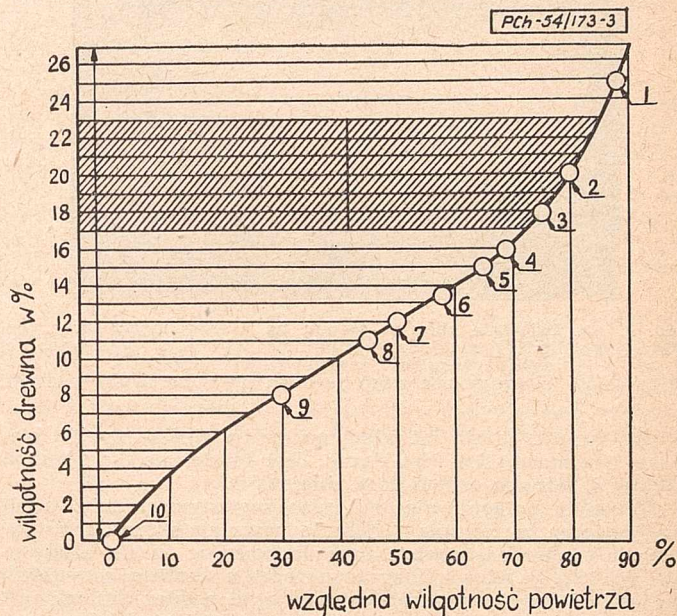
Rys. 2. Schemat aparatu do ubijania piany z kleju mocznikowego

Do piany wprowadza się katalizator i rozprowadza się po fornierze. Technika taka daje 50% oszczędność kleju. Technika tego rodzaju można stosować tylko do gładkiego fornieru, w przeciwnym wypadku spoina może być „wygłodzona”. Drewno używane dla ustrojów sklejkowych musi mieć stosunkowo niską wilgotność. Klejenie drewna o wilgotności wyższej niż 20% jest prawie niemożliwe. Przy wilgotnym drewnie klej ulegnie rozcieńczeniu i będzie przenikał w głąb, w wyniku czego otrzymamy „wygłodzoną” spoinę. Suszenie i używanie suszonego drewna w produkcji oraz używanie różnych ustrojów jest ściśle uzależnione od stopnia wilgot-

ności względnej powietrza. Najlepiej suszone drewno pozostawione przez pewien czas w warunkach wysokiej wilgotności względnej będzie zmieniać swoją formę geometryczną, będzie się paczyć.

W jeszcze większym stopniu będą się zmieniać mokre ustroje drewniane pozostawione w warunkach niskiej wilgotności względnej.

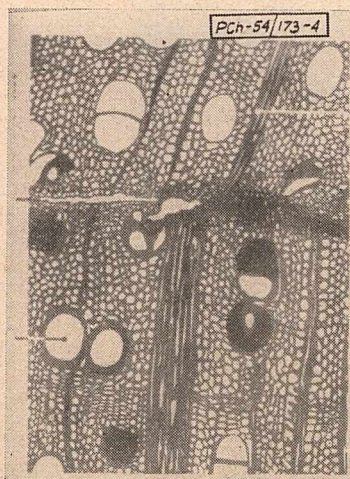
Podany wykres (rys. 3) charakteryzuje zależność stopnia wysuszenia drewna od stopnia wilgotności powietrza.



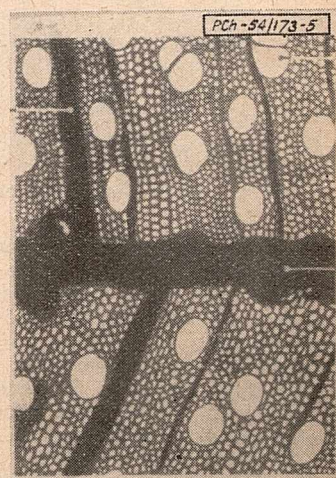
Rys. 3. Zależność wilgotności drewna od wilgotności powietrza

1. Maksymalna wilgotność dla grubszych prac stolarskich.
2. Maksymalna wilgotność dla dokładniejszych prac stolarskich.
3. i 4. Wyroby przemysłowe, narzędzia ogrodnicze itp.
5. i 6. Sprzęt komunikacyjny, sportowy itd.
7. i 8. Przedmioty używane w warunkach centralnego ogrzewania, forniry dla sklejek (maks.).
9. Przedmioty używane w warunkach szczególnych (stacje telefoniczne, okładziny ozdobne).
10. Drewno suszone sztucznie w piecu.

Przy produkcji sklejek nie należy używać fornierów o wilgotności większej niż 8—10%. Gdyż w tym wypadku poza rozcieńczeniem kleju, szczególnie w prasach o wyższej temperaturze (130—140°C), następuje wytwarzanie pary wodnej o stosunkowo wysokim ciśnieniu. Pod wpływem pary powstają w fornierze pęcherze i inne niedokładności powodujące



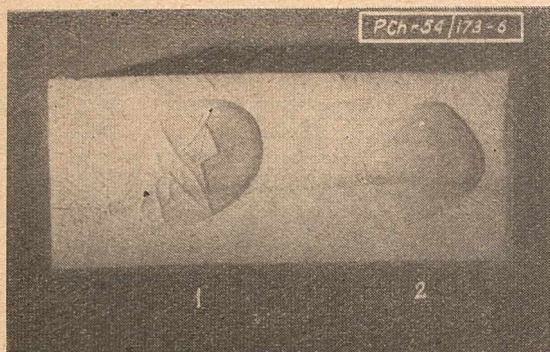
Rys. 4. Spoina „wygłodzona” na skutek zbyt wielkiego nacisku prasy. Klej wnika głęboko w pory drewna



Rys. 5. Spoina prawidłowa otrzymana przy zastosowaniu odpowiedniego nacisku prasy.

wady sklejk. Ciśnienie prasy winno być rzędu 3—5 kg/cm². Niższe ciśnienia powodują zbyt grubą spoinę klejową, która w normalnych warunkach utwardzania może ulegać wykruszeniu z powodu dużych naprężeń wewnętrznych. Zbyt wysokie ciśnienie powoduje przetłaczanie kleju w głąb fornieru, w wyniku czego otrzymujemy „wygłodzoną” spoinę. Spoina „wygłodzona” i prawidłowa podane są na rys. 4 i 5.

Dla przemysłu budowlanego w węższym tego słowa znaczeniu bardziej interesujące jest zagadnienie łączenia większych ustrojów na zimno. Poza tym szczególnie interesujące jest zagadnienie sklejania powierzchni elementów niezbyt dokładnie obrobionych w szczególności o powierzchniach nieheblowanych.

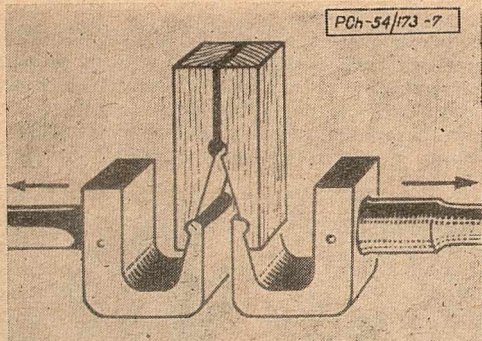


Rys. 6. (1). Działanie chlorku amonu na żywicę mocznikową (po kilku tygodniach naprężenia wewnętrzne wywołują pęknięcia, po roku żywica jest całkowicie pokruszona)
(2) Działanie kwasu mrówkowego (po roku nie widać śladów pęknięć)

Już prawie od stu lat wiadomo, że im cieńsza spoina klejowa tym mocniejsze jest złącze. Jest to słuszne dla różnych klejów i różnych materiałów sklepanych.

Cecha ta potęguje się w bardzo znacznym stopniu, jeżeli klej podczas hartowania wykazuje poważny skurcz. Przy żywicach kondensacyjnych skurcz dochodzi w czasie hartowania do 25% objętości. Przy tego rodzaju skurczu oczywiście wypełnienie porów pomiędzy nierównymi powierzchniami jest niemożliwe. Wydawałoby się więc, że zaklejanie klejem syntetycznym nieheblowanych powierzchni nie da się urzeczywistnić.

Prace nasze szły jednak w kierunku znalezienia takiego zespołu warunków, który by zezwolił na sklepanie elementów nie przylegających do siebie ściśle. Prof. Zieliński mierzył grubość spoiny klejowej w ustrojach o grubości spoiny rzędu do 0,1 mm.



Rys. 7. Jeden ze sposobów badania wytrzymałości spoin.

W naszych pracach dochodziliśmy do dziesięciokrotnie grubszej spoiny klejowej, tj. do spoiny o grubości jednego milimetra i była ona z reguły bardziej wytrzymała niż drewno zarówno w stanie suchym jak i po sześciu godzinach zanurzenia w wodzie.

Wychodziliśmy z założenia, że dla budownictwa potrzebna jest nie tylko spoina o odpowiedniej grubości, ale ważne jest także aby proces klejenia odbywał się w normalnej temperaturze, tj. w temperaturze 15–30°C.

Zagadnienie przygotowania takiego kleju, którego naprężenia wewnętrzne nie dochodziły do punktu wytrzymałości samego kleju, tj. kleju który będzie trwale łączył drewno przy spoinie o grubości 1 mm, rozpada się na dwa zagadnienia.

1) Żywica mocznikowa o stosunku molowym mocznika do formaliny 1:1,93, pH końcowe 7,2. Używalność po dodaniu 2% chlorku amonu 75 minut, zawartość ciał stałych 60% — 70%.

2) Katalizator (utwardzacz). Okazało się, że wszystkie tradycyjnie używane katalizatory, jak nieorganiczne sole amonowe względnie szczawian amonu (stosowany jako katalizator do utwardzania tłoczyw mocznikowych w prasie) lub kwas szczawiowy, po jakimś czasie (najczęściej już po kilku tygod-

niach) wywołują gwałtowne naprężenia wewnętrzne w spoinie klejowej powodując jej pękanie. Zdjęcie pokazuje deszczułkę (rys. 6), na której umieszczono dwie krople kleju o grubości 1 mm. Krapla, która zawiera 2% chlorku amonu, jest jak widać popękana, kropla zaś, która zawiera 2% kwasu mrówkowego, nie wykazuje śladów pęknięć po upływie prawie roku.

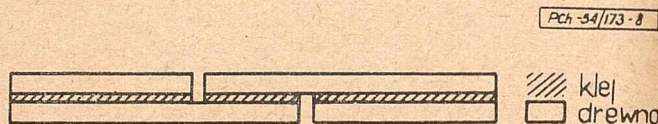
Sądziłszy początkowo, że brak pęknięć należy przypisać dużej prężności pary kwasu mrówkowego. Okazało się jednak, że kwas mlekowy, bez porównania mniej lotny niż kwas mrówkowy, również nie powoduje pęknięć w spoinie klejowej o grubości 1 mm i nawet 1,25 mm.

Po dokładnym zbadaniu wytrzymałości spoiny klejowej doszliśmy do przekonania, że klej opisany przy użyciu takich utwardzaczy, jak kwas mrówkowy, czy kwas mlekowy, daje spoiny klejowe doskonale odporne na działanie wody. Operację klejenia trzeba przeprowadzać tak, aby jedną powierzchnię posmarować klejem, drugą katalizatorem; proces utwardzania zaczyna się z chwilą zetknięcia obu powierzchni.

Czas utrzymywania pod naciskiem jest wyraźnie zależny od temperatury. Następująca tabelka daje zależność między czasem nacisku a temperaturą przy użyciu 40% kwasu mrówkowego:

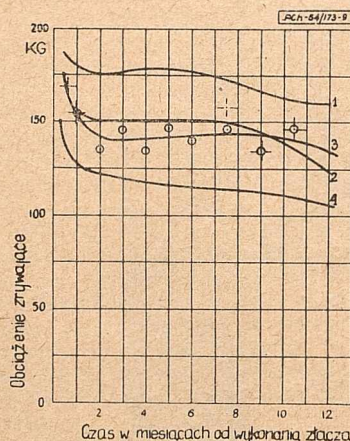
Temperatura:	10°C	15°C	20°C	30°C	40°C	60°C	70°C	80°C	90°C
	godziny:					minuty:			
Konieczny czas nacisku:	12	5	3,5	2,1	1	15	8	4	2,5

Ze względu na to, że klej hartuje się w podwyższonej temperaturze kilkaset razy szybciej niż w normalnej oraz że do ogrzewania nadają się w tym wypadku generatory wysokiej częstotliwości, należy popierać ze wszech miar dążenie Instytutu Techniki Budowlanej w kierunku ich rozbudowy.



Rys. 8. Jeden ze sposobów badania wytrzymałości spoin.

W naszych badaniach używaliśmy metod podanych na rysunkach 7 i 8. Porównaliśmy złącza zrobione na bazie kleju kazeinowego, żywicy z wypełniaczem, żywicy czystej z chlorkiem amonu jako katalizatorem i z tej samej żywicy z kwasem mrówkowym.



Rys. 9. Wykres zależności wytrzymałości złącza ze szczeliną 0,7 mm między brzołowymi deszczułkami (o grubości 1,5 mm) od czasu

1. Żywica z utwardzaczem (HCOOH)
2. Żywica z wypełniaczem
3. Klej kazeinowy
4. Żywica z chlorkiem amonowym, typowa dla produkcji sklejek.

Wykres (rys. 9) podaje zależność wytrzymałości spoiny w stanie suchym od czasu, który upłynął od chwili zrobienia złącza.

Wydaje się, że na podstawie naszych prac można już w chwili obecnej praktycznie łączyć większe ustroje drewniane. Mamy już właściwy klej o zawartości 60% ciał stałych (stężenie to można jeszcze podwyższyć, jeżeli zachodzi tego potrzeba, przez dodawanie zubożonej mączki drzewnej, mielonych łupin orzechowych, drobno mielonych odpadków bakelitowych itd.).

Mamy też odpowiedni katalizator, którego stężenie możemy sobie dowolnie ustalić i wydaje się, że mamy dostateczny

zasób wiedzy technicznej, ażeby rozpocząć szeroką działalność w dziedzinie wielkich ustrojów sklejonnych dających sztywniejsze, lżejsze i ekonomiczniejsze konstrukcje od tradycyjnych złączy.

Całkowite pominięcia klejów, które nie są oparte na moczniku, byłoby niesłuszne. Aczkolwiek zdaniem naszym kleje takie jak fenolowe, melaminowe i rezorcynolowe będą w przyszłości (jeżeli idzie o tonaż zużycia) stanowić nie więcej niż 5% — 6% zużycia żywic mocznikowych, to jednak dla pewnych celów specjalnych są one nieodzowne. Zwłaszcza tam, gdzie chodzi przede wszystkim o odporność na działanie wrzącej wody. Niektóre kleje fenolowe, w szczególności zaś rezorcynolowe, mają zastosowanie w łączeniu części bakelitowych ze sobą, w łączeniu gumy z drewnem, nieglazurowanej porcelany, materiałów piankowych, laminatów, azbestu, cegły, betonu, korka itd.

O ile żywica melaminowa nadaje się do klejenia tylko w wyższych temperaturach, o tyle żywice rezorcynolowe i niektóre żywice fenolowe kleją także na zimno.

Instytut Tworzyw Sztucznych opracował dwa typy żywic fenolowych, które można stosować na zimno. Żywic rezorcynolowych nie opracowaliśmy dotychczas, głównie ze względu na bardzo wysoki koszt rezorcyny. Opracowano natomiast w ITS w ostatnim roku szereg klejów dla łączenia gumy zarówno naturalnej, jak znanych dotychczas typów gumy syntetycznej z różnymi tworzywami. Ponieważ jednak w budownictwie zagadnienia te mają mniejsze znaczenie, nie omawiamy ich tutaj.

Zagadnienie stosowania mas plastycznych w budownictwie w taki sposób, ażeby stosunkowo niewielkie ich ilości wpłynęły w decydujący sposób na uszlachetnianie tradycyjnych wyrobów i konstrukcji, nie jest całkowicie wyczerpane przez stosowanie klejów syntetycznych.

Wspomniana została metoda uszlachetniania twardych płyt spilśniionych za pomocą lakierów fenolowych. Zarówno stan wiedzy teoretycznej jak i rozwój techniki stosowania w Polsce pozwala już na to, aby miękkim płytom spilśniionym do izolacji cieplnej i akustycznej nadać odporność na działanie wody, otrzymując w ten sposób doskonały materiał izolacyjny.

W ten sposób miękka płyta spilśniiona może w bardzo wielu wypadkach zastępować deficytowy u nas korek. Zasada stosowania żywic jest względnie prosta: 1% — 2% wagowych odpowiednio do tego celu przygotowanej żywicy melaminowej lub mocznikowej dodaje się w taki sam sposób, w jaki dodaje się mydło abietynowe lub ałun do masy drzewnej, w dowolnym stadium mokrej fazy produkcji płyt spilśniionych. Zbyteczne są jakiekolwiek zmiany w procesie technologicznym produkcji płyt.

W podobny sposób można otrzymać papier odporny na wodę. Proces ten jest już stosowany w naszym przemyśle papierniczym, niestety jeszcze na niezbyt wielką skalę, głównie z powodu wysokiej ceny formaliny.

Budownictwo interesować będzie proces otrzymywania tapet o trwałym wzorze wytłaczanym nie podlegającym działaniu wody. Przed wytłaczaniem wzoru do wody, którą zwilża się papier, dodaje się 1—2% (w stosunku do wagi tapety) żywicy mocznikowej. Wzór po wytłoczeniu zachowuje się trwale. Tapety takie można myć wodą lub roztworem mydła bez obawy wywołania zmian objętościowych papieru ani wytłoczonego na nim wzoru; nie paczą się one również w procesie naklejania.

Ważnym choć bardzo niedocenianym u nas surowcem budowlanym jest słoma. Słoma nie jest plastyczna, jest raczej znana jako materiał sprężysty. Jednak badania bezpośrednio przed II wojną światową (przeprowadzane głównie w Szwecji) wykazały, że przy odpowiedniej temperaturze i nacisku można w pewnym sensie „uplastyczyć” słomę.

Opracowano proces technologiczny otrzymywania produktu wprowadzonego na rynek pod nazwą handlową „Stramit”. Proces jest ciągły i polega na odpowiednim prasowaniu słomy przy temperaturze około 160°C. Płytę wychodzącą w sposób ciągły z maszyny prasującej okleja się papierem, tnie na odpowiednie odcinki i otrzymuje się gotowy prefabrykat.

W Szwecji, Finlandii, Związku Radzieckim, Danii, Anglii i w szeregu innych krajów stosuje się obecnie te płyty (jako materiał izolacyjny do produkcji ścianek działowych itd.) w budownictwie miejskim i przemysłowym, lub też jako tworzywo podstawowe nawet na ściany zewnętrzne w budownictwie wiejskim. W tym ostatnim wypadku płytę oprawia się w ramę drewnianą, zrywa się papier, którym jest ona oklejona, i sprasowaną słomę pokrywa się zaprawą wapienną z zewnątrz lub też od wewnętrznej strony.

W roku 1951 sprowadzono ze Szwecji do Polski jedną maszynę do wyrobu tego tworzywa. Niestety od tego czasu nie wiele się słyszało o losie tej produkcji, która byłaby w stanie istotnie przyczynić się do rozładowania deficytu materiałów budowlanych, szczególnie na odcinku budownictwa wiejskiego. Jako argument przeciw tej produkcji podawano rzekomy brak słomy w Polsce.

Realizacja Uchwał II Zjazdu PZPR zmierzających między innymi do znacznego powiększenia produkcji zbóż winna wpłynąć na zwiększenie produkcji słomy, o co najmniej pół miliona ton w okresie w najbliższych lat. Słoma w rolnictwie zużywana jest przede wszystkim jako podściółka dla bydła. Czy rzeczywiście jest ona najlepszym materiałem do tego celu?

Tezy IX Plenum KC PZPR zalecają użycie na szeroką skalę torfu. Nie ulega wątpliwości, że w tych okolicach gdzie występują większe ilości torfu, materiał ten można i należy stosować, ponieważ jako podściółka i jako nawóz jest bez porównania lepszy od słomy.

Słoma ma odczyn obojętny, torf zaś — kwaśny. Kwaśny charakter torfu pozwoli na związanie całej ilości azotu, co nie zachodzi przy stosowaniu słomy. Trociny, dotychczas spalane w naszych tartakach, mogą również lepiej spełniać rolę podściółki niż słoma. Trociny mają pH zbliżone do pH torfu i doskonale wiążą mocznik i inne alkaliczne produkty rozkładu białka. Wydaje się, że stosowanie mieszanek: torf-słoma, trociny-słoma, względnie torf-trociny-słoma jako podściółki zwolniłoby rocznie ilości słomy rzędu setek tysięcy ton, które można by dostarczać zakładom produkującym materiały budowlane. Jest to wielkie zagadnienie. Jak w każdym wielkim zagadnieniu tak i tutaj trudności techniczne są bez porównania mniejsze niż trudności natury organizacyjnej, zwłaszcza, że mamy tu do czynienia z ogromną rozproszoną masą indywidualnych producentów, jakimi są chłopci. Nie mniej jednak, jeżeli zarówno bodźce gospodarcze jak praca polityczna i upowszechnienie wiedzy rolniczej będą odpowiednio scharmonizowane, można spodziewać się dobrych skutków i to w najbliższych latach.

Otrzymano 23.IV.54.

„Pomoc i przykład Związku Radzieckiego są dla nas i dla wszystkich krajów demokracji ludowej nieocenioną wartością w budownictwie nowego życia, w uprzemysłowieniu kraju, w przyswajaniu nowej techniki, w szybkim pomnażaniu naszych sił gospodarczych”

Bolesław Bierut

Klejenie metali

I. Bursztyn

666.968.1:668.395

Instytut Tworzyw Sztucznych

Omówiono wyższość stosowania w niektórych wypadkach klejenia metali zamiast normalnie używanych sposobów ich łączenia. Szczegółowo omówiono kleje karbinolowe, winyloacetalowe i epoksy. Opisano metody stosowania poliwinylacetali, w szczególności poliwinylformalu i podano uzyskane wyniki.

Изложено преимущество применения в некоторых случаях склеивания металлов вместе обыкновенно применяемых способов их связывания. Подробно рассмотрены клеи карбиноловые, винилацеталевые и эпоксы. Описаны методы применения поливинилацеталей, в особенности поливинилформала, и представлены полученные результаты.

Advantages of gluing metals over the traditional methods of bounding have been emphasized. The glues of carbinol, polyvinyl acetate and epoxy type have been discussed in detail. The methods of applying polyvinyl acetates, particularly polyvinyl formal, have been described and the results obtained have been given.

W ostatnim dziesięcioleciu zaczęto w krajach o przodującej technice stosować w montażu maszyn i urządzeń wielko-cząsteczkowe produkty syntezy chemicznej. Nie oznacza to, że tradycyjne metody łączenia części, jak nitowanie, łączenie na śruby lub spawanie, zostały lub zostaną w najbliższych latach wyparte. Kleje syntetyczne zaczęto stosować w tworzywach nowych, zwłaszcza w stopach lekkich jak „dural”, „elektron”, których spawanie jest utrudnione.

Montaż ustrojów złożonych z różnych tworzyw (jak np. dural — drewno, szkło — metal, tworzywa sztuczne — metal itd.) byłby niezwykle utrudniony, gdyby trzeba się było opierać wyłącznie na tradycyjnych metodach łączenia.

W przemyśle elektrotechnicznym, motoryzacyjnym, lotniczym i precyzyjno-optycznym wprowadzono ostatnio szereg takich konstrukcji, które nie dają się ani spawać, ani nitować, ani łączyć żadną z stosowanych dotychczas metod.

Z drugiej strony fakt, że rozporządzamy pewnymi produktami syntezy chemicznej, które nadają się do łączenia części, zwraca myśl konstruktora w kierunku projektowania części

6) Konstrukcje klejone mogą być znacznie tańsze, mniej pracochłonne od innych. Fakt, że w niektórych krajach odpowiedziane konstrukcje samolotowe są sklejane za pomocą produktów syntezy chemicznej dowodzi wagi zagadnienia klejów do metali.

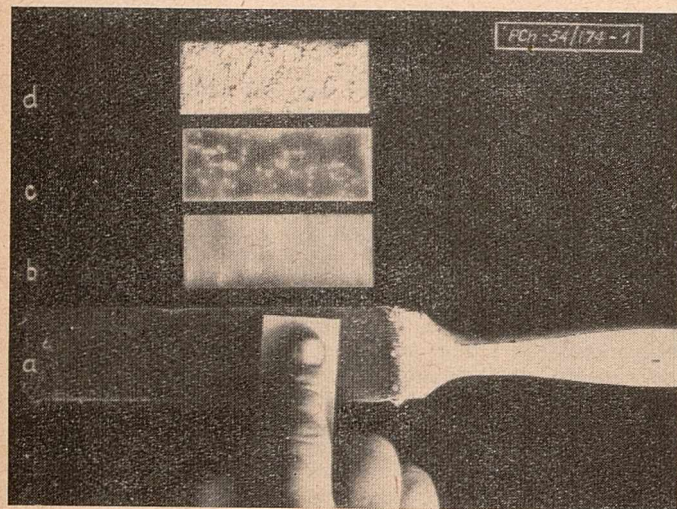
Pierwsze i pionierskie prace zarówno teoretyczne jak praktyczne wykonane zostały w Związku Radzieckim przed II wojną światową. Nazarov i inni badacze jeszcze w latach trzydziestych opublikowali szereg prac (1) będących po dzień dzisiejszy wzorem podstawowych badań teoretycznych i doświadczalnych prowadzących do praktycznego stosowania jedynego w swoim rodzaju kleju typu karbinolowego. Pierwsza publikacja dotycząca praktycznego stosowania tego kleju pochodzi od D. Dworeckiego (2). Klej ten poza klejami dwuizocyjanianowymi (3) stanowi indywidualną, odróżniającą się ze względu na prostotę stosowania (4) grupę, która po dzień dzisiejszy wytrzymywała próbę życia.

Przy ogromnej wytrzymałości statycznej rzędu 300 kg/cm² klej karbinolowy ma jednak ogromne zastosowanie tam, gdzie chodzi głównie o wytrzymałość dynamiczną (zmęczenie). Nie stosuje się go do sklejanania części, w których występują poważne vibracje. Syntezie kleju karbinolowego poświęcony będzie oddzielny artykuł.

Tam, gdzie w grę wchodzi wytrzymałość dynamiczna, używa się przede wszystkim winyloacetalu, jak poliwinylformal (5) albo poliwinylbutyral (6) w kombinacji z żywicami fenolowymi o typie radzieckich klejów BF-2, BF-4 itd.

W latach czterdziestych używano dla ustrojów narażonych na zmęczenie modyfikowanych kauczków (7), których jednak ze względu na stosunkowo niewielką wytrzymałość statyczną rzędu 100 kg/cm² nie stosuje się obecnie w takich ustrojach. Najnowszym typem klejów, które łączą w sobie stosunkowo łatwość użycia z dobrymi własnościami elektrycznymi oraz dużą wszechstronnością, są kleje typu epoksy omawiane już w tym czasopiśmie (8).

Rozporządzamy więc trzema określonymi grupami klejów do metali. Zarówno synteza półproduktów i produktów, jak i sposób stosowania tych klejów są dla każdej grupy różne.



Rys. 1. Przygotowanie próbek do klejenia: a) oczyszczenie blaszki szczotką drucianą, b) blaszka oczyszczona i odtłuszczone, c) blaszka powleczone żywicą fenolową, d) blaszka powleczone żywicą i posypana formeksem

maszyn, urządzeń i aparatury opartych na łączeniu za pomocą klejów syntetycznych.

Doświadczenia ostatniego dziesięciolecia w stosowaniu klejów syntetycznych stwierdzają pewne zalety ustrojów sklejonnych w stosunku do tradycyjnego nitowania, klinowania, spawania itd. Zalety te można by uogólnić w następujących punktach:

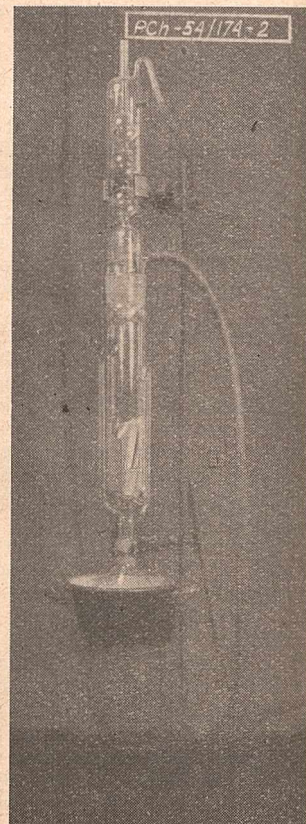
1) Naprężenia w strefie złączenia są równomiernie rozłożone na dużej powierzchni.

2) Element sklejonny nie jest osłabiony przez otwory (nitowanie, śrubowanie), względnie wpływy termiczne (spawanie).

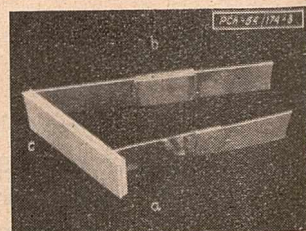
3) Łączenia klejone są gładkie i nie wymagają dalszej obróbki mechanicznej.

4) Klejenie zezwala na łączenie metali z innymi tworzywami, jak drewno, guma, szkło, tworzywa sztuczne, włókna naturalne i sztuczne itd., nie osłabiając żadnego tworzywa.

5) Konstrukcje klejone mogą być znacznie lżejsze niż konstrukcje oparte na złączach tradycyjnych.

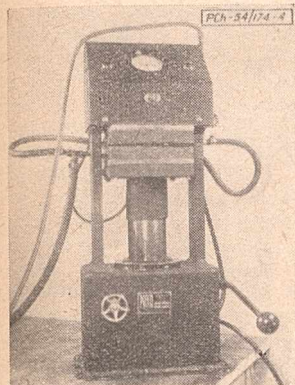


Rys. 2. Odtłuszczenie blaszek w aparacie ekstrakcyjnym Soxhleta

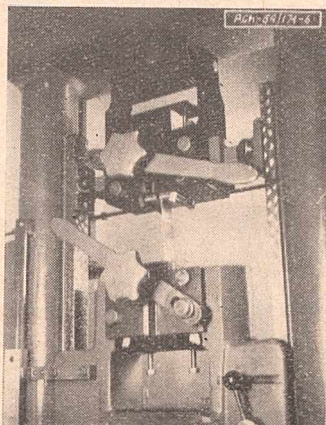


Rys. 3. Sposoby klejenia: a) próbka sklejoną na „zakładkę”, b) próbka sklejoną „na podwójną zakładkę”, c) próbka sklejoną „warstwowo” (nie przecięta)

- 1) Radzieckie kleje typu karbinolowego.
- 2) Radzieckie kleje typu winyloacetali w kombinacji z żywicą fenolową.
- 3) Szwajcarskie kleje typu epoksy.

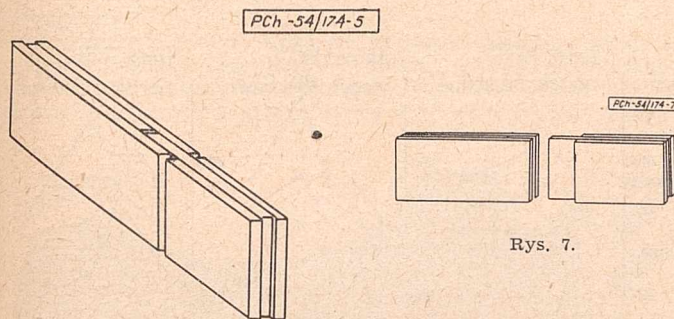


Rys. 4. Laboratoryjna prasa hydrauliczna z ogrzewanymi płytami, 20 t nacisku, ogrzew. do 200°



Rys. 6. Zrywanie próbek na dynamometrze Schoppera

Ponieważ te typy klejów są w chwili obecnej najlepszymi znanymi na świecie, Instytut Tworzyw Sztucznych podjął nad nimi prace, które niedawno zostały zakończone w skali laboratoryjnej, a częściowo ćwierćtechnicznej w tym sensie, że istnieją założenia do projektu fabryki produkującej te kleje wraz z niezbędnymi surowcami i półproduktami.

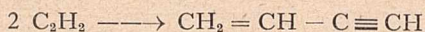


Rys. 5.

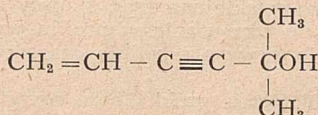
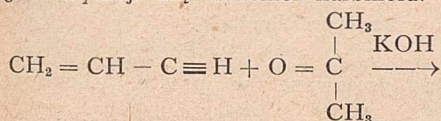
W ITS opracowano też poszczególne metody technologii klejenia tak dalece, że można gwarantować otrzymywanie mocy spoiny rzędu 300–400 kg/cm² przy klejeniu duralu i większości stali konstrukcyjnych.

Dwumetylowinyloetynylokarbinol (karbinol)

Chociaż oddzielny artykuł omówi kleje karbinolowe warto jednak krótko poruszyć zasady ich wytwarzania (9) i stosowania. Winyloacetylen otrzymywany jest z acetylenu przez dimeryzację wobec katalizatora (sole miedziawe, w szczególności: chlorek miedziawy + chlorek amonu oraz miedź metaliczna):



Winyloacetylen reaguje z acetonem wobec KOH, w wyniku czego otrzymuje się monomer karbinolu:



Należy zaznaczyć, że proces otrzymywania winyloacetyleny jest procesem ciągłym, a otrzymywanie manometru karbinolu procesem periodycznym.

Polimeryzacja karbinolu odbywa się tradycyjnymi sposobami, przy dodaniu nadtlenników i ewentualnej stabilizacji (hydrochinon itd.).

Poza bardzo kłopotliwymi w produkcji dwuizocyjanianami, których wytrzymałość w spoinie jest zresztą stosunkowo niska (około 100 kg/cm²), kleje karbinolowe są jedynymi klejami wiążącymi na zimno większość znanych tworzyw w najróżnorodniejszych kombinacjach dając moc na ścinanie rzędu 300 kg/cm².

Posiadamy w kraju wystarczające ilości surowców potrzebnych do uruchomienia produkcji karbinolu i nie ulega wątpliwości, że w niedalekiej przyszłości wybudujemy fabrykę czy oddział produkujący chociaż kilkadziesiąt ton rocznie karbinolu.

Poliwinyloacetale

Ze wszystkich pochodnych winylowych, poliwinylalkohole i poliwinylacetale mają najwyższą wytrzymałość mechaniczną dochodzącą do 1000 kg/cm², tj. do wytrzymałości glinu.

Alkohole, ze względu na ich wrażliwość na działanie wody, nie mogą być brane pod uwagę jako kleje do metali, chociaż są znakomitymi klejami dla papieru i podobnych materiałów.

Niektóre acetale (jak np. poliwinylbutyrale) są doskonałymi klejami do szkła.

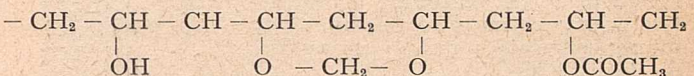
Poliocetan winylu jest doskonałym lepiszczem i w granicach temperatury –40°C do +40°C doskonale zwilża w stanie stopionym metale i posiada silną adhezję w stosunku do nich, poliwinylacetale natomiast nie zwilżają w dostatecznym stopniu metali i same przez się nie wykazują dostatecznej do nich adhezji.

Radzieccy uczeni wychodząc z założenia, że żywice fenolowe (używane jak wiadomo w wielu mieszkankach lakierniczych do metali) mają zarówno zdolność nawilżania metali i dobrze do nich przylegają, jak też wykazują zdolność nawilżania i przylegania do poliwinylacetali, dokonali tutaj, podobnie jak w dziedzinie klejów karbinolowych, rewolucji technicznej; produkują i używają te kleje na skalę przemysłową.

Przyczepność żywicy fenolowej do metali połączona z cechami wytrzymałościowymi poliwinylacetali daje dużą wytrzymałość spoiny klejowej metali, zarówno statyczną jak i dynamiczną. Spoiny takie przewyższają pod względem wytrzymałości nity i podobne złącza.

Stosunkowo duża odporność na zmiany temperatury (w granicach –80° do +80°C), duża odporność na działanie wody (złącza wytrzymują bez zmiany mocy próbę gotowania we wrzącej wodzie w ciągu 3 godzin), stosunkowo duża odporność na działanie wielu odczynników chemicznych (jak benzyna, oleje, chlorowane węglowodory itd.) sprawiają, że kleje te są obok klejów karbinolowych stosowane w szerokim zakresie w różnych gałęziach przemysłu radzieckiego, a u nas zaczynają zdobywać sobie prawo obywatelstwa w przodujących zakładach przemysłu kluczowego.

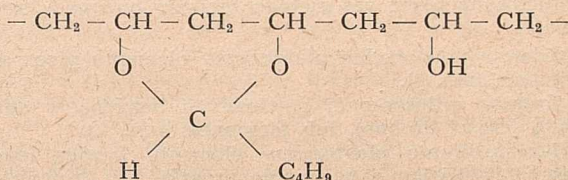
Poliwinylformal otrzymuje się przez acetalowanie alkoholu poliwinylowego aldehydem mrówkowym i wytrącanie wodą. Łańcuch poliwinylformalu możemy przedstawić w sposób następujący:



Jak widzimy hydroliza octanu do alkoholu i acetalowanie alkoholu nie przebiegają do końca i mamy do czynienia zarówno z grupami –OH jak i z grupami CH₃COO–.

Ciepota cząsteczkowy poliwinylformalu winien być rzędu 30.000 (10). Stopień acetalowania nie został przez nas w dostatecznym stopniu zbadany, ale powinien on stanowić > 50%, aby produkt spełniał swą rolę jako klej do metali.

Poliwinylbutyral otrzymuje się przez acetalowanie alkoholu poliwinylowego aldehydem masłowym w niższej temp. (0°C do 5°C). Łańcuch poliwinylbutyralu można przedstawić w sposób następujący:



Stopień polimeryzacji powinien być rzędu 1000. Stopień acetalowania > 50%.

Żywica fenolowo-formaldehydowa

Rezol o niskim stopniu kondensacji i o stosunku molowym 1 : 1,5 wykazuje tolerancję wody w granicach 300 — 1000 %). Dla lepszej trwałości żywicy można w normalnych warunkach podciśnienia odparować wodę i zastąpić ją przez alkohol metylowy lub etylowy.

Metoda klejenia

Ze względu na różnice w rozpuszczalności poliwinylformalu i poliwinylbutyralu opracowaliśmy dla tych dwóch produktów odmienne metody klejenia.

Poliwinylbutyral wraz z żywicą fenolową rozpuszczamy w alkoholu lub ketonie tak, aby stosunek poliwinylbutyralu do żywicy fenolowej (licząc na suchą substancję) był co najmniej — 2 : 1. Rozpuszczalnika dodajemy tyle, aby roztwór kleju miał lepkość rzędu 500 — 10 000 cP.

Stosowanie polega na rozprowadzeniu kleju na odpowiednio przygotowanym tworzywie, odparowaniu rozpuszczalnika i hartowaniu w prasie w temp. 140°C — 150°C pod ciśnieniem 10—50 kg/cm² w ciągu 30—60 minut, w zależności od intensywności pozostałych parametrów.

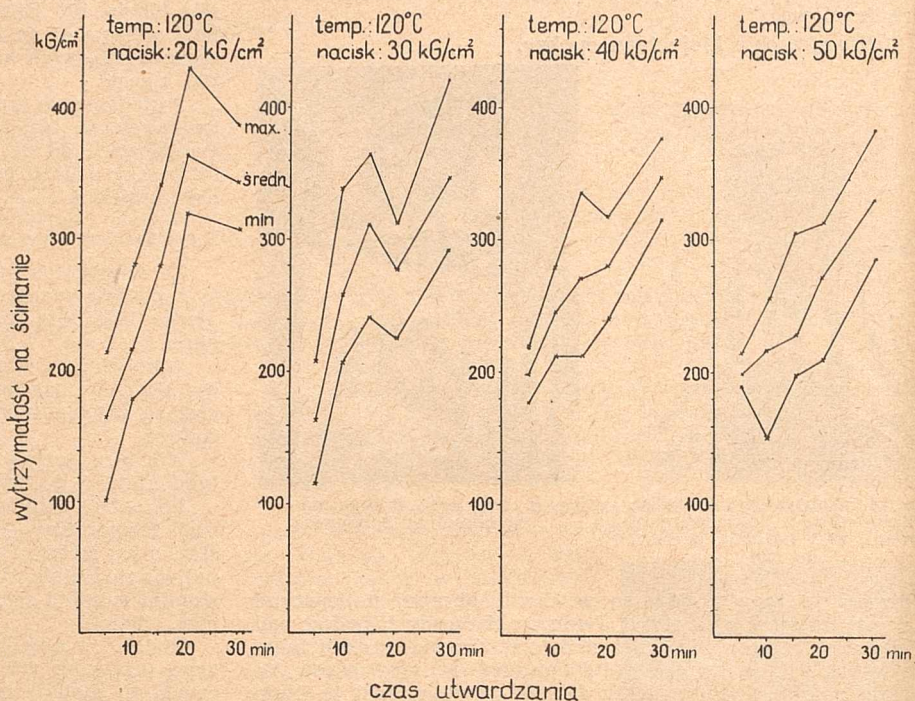
Postępowanie z poliwinylformalem jest nieco inne. Tworzywo powlekane żywicą fenolową posypuje się ziarenkami poliwinylformalu, które przyklejają się do żywicy fenolowej. Nie czekając na całkowite odparowanie rozpuszczalnika żywicy (wody czy alkoholu) zaciśka się części do sklejenia w prasie w temperaturze podobnej do warunków ustalonych dla poliwinylbutyralu na okres 15—20 minut. Przedmiotów sklejonych nie trzeba chłodzić w prasie, gdyż po zahartowaniu żywicy fenolowej ustroje sklejone mają odpowiednio wysoką moc w podwyższonych temperaturach, podobnie jak żywice termoutwardzalne.

O ile literatura dotycząca sposobów przygotowania klejów do metali (poza opisami patentowymi niektórych z nich) jest niezwykle uboga, o tyle mamy stosunkowo bogatą literaturę omawiającą metody stosowania tych klejów.

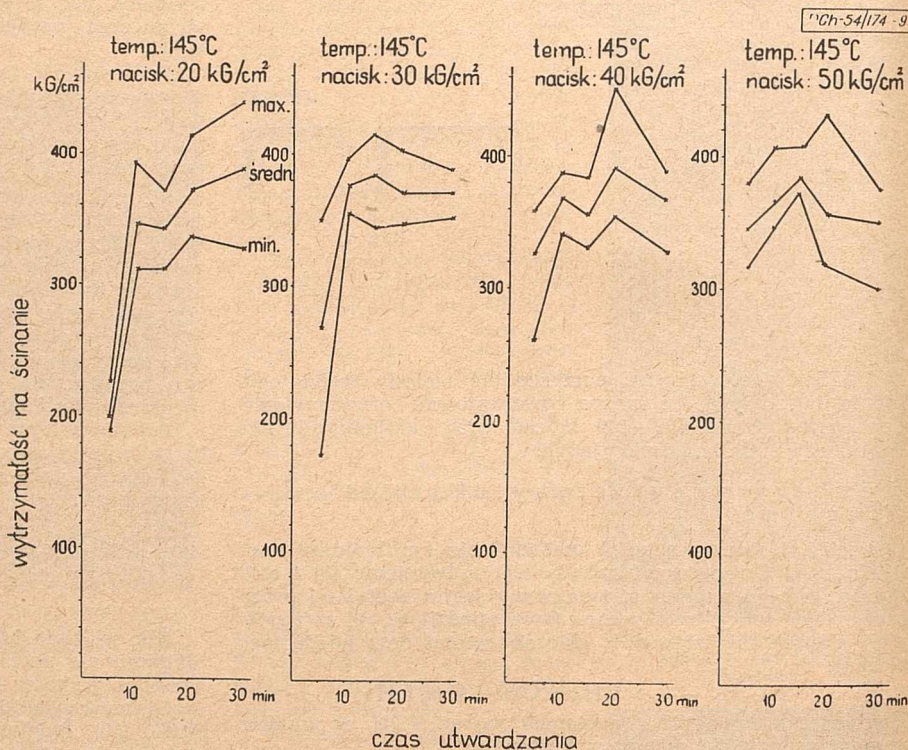
Nasze prace wykazały, że można ominąć szereg procesów uważanych w literaturze (szczególnie krajów zachodnich) za nieodzowne. Np. dużo pisze się o konieczności wstępnego wytrawiania metali przed procesem ich klejenia (10), nasze badania nie wykazywały tej konieczności. Uważa się powszechnie, że piaskowanie jest najlepszą metodą przygotowania powierzchni. My otrzymaliśmy lepsze wyniki przez oczyszczanie materiału drucianą szczotką.

Opracowana przez nas metoda klejenia polega w szczególności na:

- 1) Zdarciu powierzchni płaszczyzny elementu przez szczotkę drucianą (rys. 1).
- 2) Zmyciu zatłuszczonej powierzchni benzyną w aparacie Soxhleta (części drobnej), lub tamponem (rys. 2).
- 3) Posmarowanie płaszczyzny elementu żywicą fenolową grubości 0,1—0,5 mm i nasypianie proszku lub granulek poliwinylformalu (rys. 1).
- 4) Sklejanie elementów wg rys. 3, z czego sposób klejenia wg c dawał wyniki o najmniejszym rozrzucie.



Rys. 8. Wyniki badania wytrzymałości próbek



Rys. 9. Wyniki badania wytrzymałości próbek

5) Próbką była prasowana w prasce laboratoryjnej (rys. 4).

6) Elementy sklejone (rys. 3) były nacinane pilnikiem, tak że próbka do rozrywania w profilu wyglądała jak na rys. 5; próbki klejone wg a i b dają czasem pęknięcia blachy poza spoiną.

7) W tej formie próbka była rozrywana na dynamometrze Schoppa z szybkością posuwu 10 mm/sek. (rys. 6).

8) Wygląd próbki rozerwanej w miejscu spojenia pokazano na rys. 7. Stosowano blachę duralową 1 i 2 mm grubości. Wyniki wytrzymałości próbek podane są na wykresach (rys. 8, 9 i 10). Najmniejsza seria badanych próbek wynosiła

*) Patrz Przem. Chem., rocznik bieżący, str. 194.

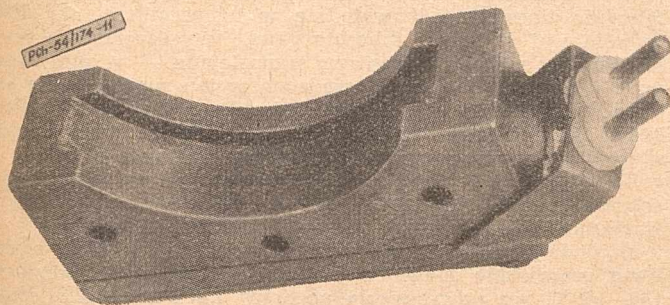
6 sztuk. Wykresy przedstawiają najwyższą, średnią i najniższą wytrzymałość próbek. Wyniki badań naszych znacznie przewyższają wyniki z ostatnich badań podobnego typu przeprowadzonych za granicą (11).

Według danych zagranicznych wytrzymałość na ścinanie dla blachy duralowej o grubości 1,2 mm jest rzędu 130 kg/cm², dla grubszej blachy duralowej (2 mm) podawana jest wytrzymałość rzędu 200 kg/cm². Na około 2000 próbek sklejonych przez nas nie mieliśmy ani jednego wypadku, aby próbka w optymalnych warunkach temperatury, nacisku i czasu hartowania miała mniejszą wytrzymałość niż 300 kg/cm², a średnia znacznie przewyższała tę wartość.

Prób na zmęczenie ITS z powodu braku aparatury nie był w stanie wykonać samodzielnie. Próby te są przeprowadzane w innej placówce. Są one długotrwałe, ale wstępne wyniki wskazują już na to, że złącza na bazie poliwinylacetali mają znacznie wyższą wytrzymałość niż złącza nitowane. Literatura zagraniczna (12) potwierdza wstępne wyniki otrzymane w kraju.

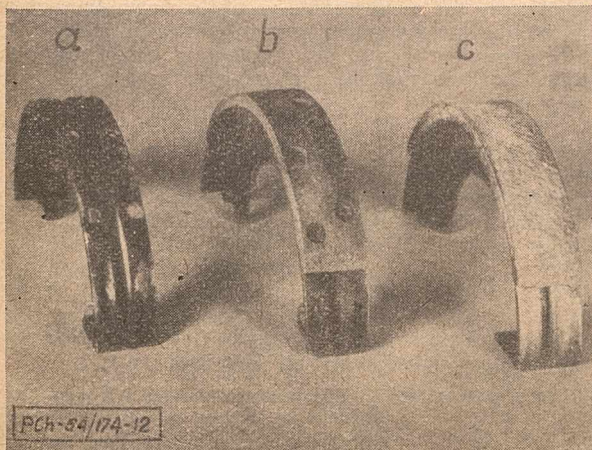
Wysokie wytrzymałości statyczne złącz, które otrzymaliśmy na bazie poliwinylacetali, skłoniły nas do pewnych prób praktycznych z których jedną przytaczamy.

W przemyśle motoryzacyjnym przymocowuje się materiał ścierny do szczęk hamulcowych nitami. Dzięki współpracy z Biurem Konstrukcyjnym Przemysłu Motoryzacyjnego otrzymaliśmy 2 elektryczne grzane formy o różnych rozmiarach do

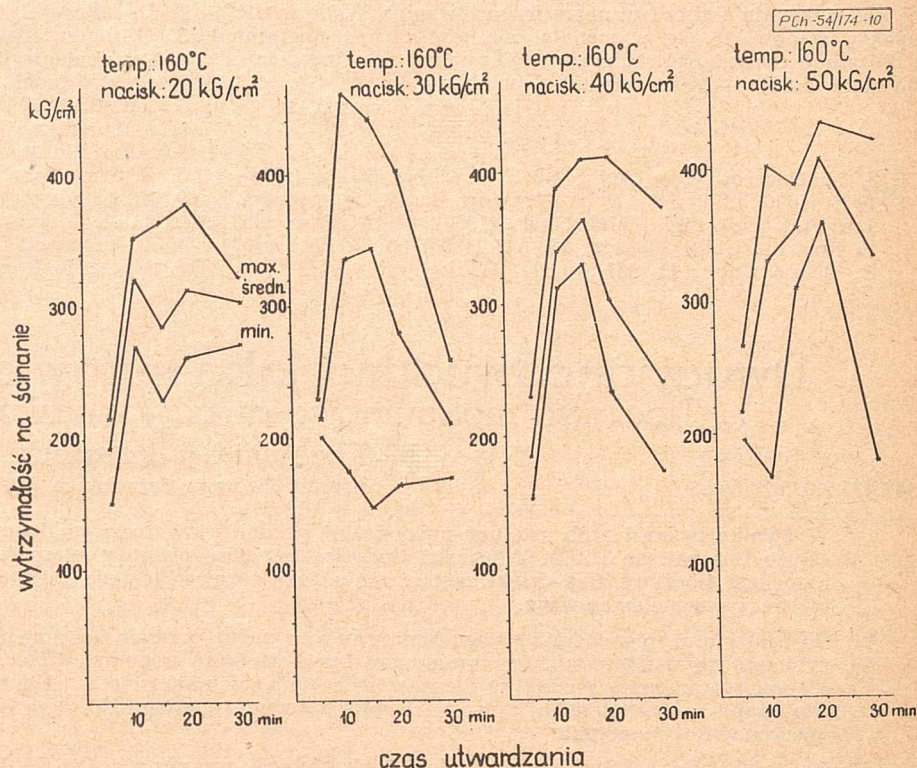


Rys. 11. Forma do okładzin hamulcowych dla samochodów

przyprasowania na bazie poliacetali masy ścierniej do szczęk hamulcowych. Na rysunkach 11, 12 i 13 podano formę oraz nitowane i przyklejane konstrukcje. Konstrukcja klejona posiada następujące zalety:



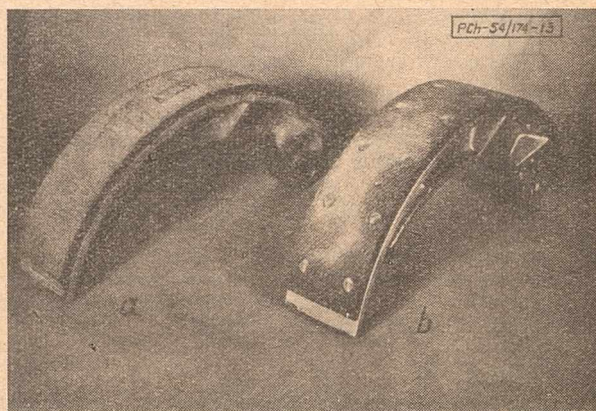
Rys. 12 Szczęki hamulcowe do motocykla SHL: a) bez okładziny cierniej, b) okładzina cierna przynitowana, c) okładzina cierna przyklejona



Rys. 10. Wyniki badania wytrzymałości próbek

- 1) Daje większą powierzchnię tarcia.
- 2) Materiał ścierny można zużyć do końca, podczas gdy w konstrukcji nitowanej zużywa się najwyżej do 2/3 grubości materiału ściernego.
- 3) Wykonanie sklejania jest mniej pracochłonne.
- 4) Konstrukcja jest lżejsza.
- 5) Mniej odpadów materiału ściernego.

Z braku hamowni rozpoczęto próby polowe, które niestety są bardzo długotrwałe.



Rys. 13. Szczęki hamulcowe do samochodu ciężarowego STAR-20: a) okładzina cierna przyklejona, b) okładzina cierna przynitowana

Żywice epoksy

Największą zaletą tych żywic jest ich ogromna reaktywność wyrażająca się w przyczepności do tak powierzchniowo pasywnych ciał jak szkło, porcelana i niektóre metale stojące stosunkowo wysoko w szeregu potencjometrycznym, jak np. miedź, albo stopy: brąz, mosiądz itd. Główną zaletą tego kleju jest fakt, że nie używa się tu żadnego rozpuszczalnika i że żywice te w czasie hartowania praktycznie nie zmieniają objętości. Jeśli weźmiemy pod uwagę fakt, że żywice kondensacyjne (jak np. fenolowe) kurczą się w procesie hartowania o kilkanaście procent, co wywołuje znaczne naprężenia wewnętrzne w spoinie klejowej, zrozumiemy dlaczego żywice typu epoksy mają tak znaczną wytrzymałość zarówno jako kleje, jak też jako lakiery i żywice lane (których wytrzymałość dochodzi do 600 kg/cm²). Wytrzymałość spoiny klejowej żywicy epoksy w ustrojach stalowych lub duralowych jest tego samego rzędu co moc klejów na bazie poliwinylacetali. Ich zaletą w stosunku do poliwinylacetali jest fakt, że nacisk nie jest w ogóle konieczny (prawdopodobnie dlatego,

że nie wykazują skurczu w procesie hartowania). Wadę żywicy epoksy stanowi to, że wymagają one wyższych temperatur i dłuższego czasu hartowania, co wyklucza np. ich stosowanie do złącz metal — drewno, metal — włókna itd.

Otrzymano 23.IV.54.

Literatura

1. I. N. Nazarow, Izv. AN SSSR Otd. Chim. Nauk, (1938), 689; (1940), 215, 545; I. N. Nazarow, L. N. Tieriechowa, Izv. AN SSSR Otd. Chim. Nauk, (1950), 66; A. Faworski, Z. Rus. Fiz.-Chim. Obszcz., **37**, 643 (1905); A. J. Zachowa, Z. obszcz. Chim., **11**, 939 (1941)

2. D. Dworecki, Przem. Chem., **2(25)**, (1946)
3. O. Bayer, Angew. Chem., **59**, 257 (1947)
4. Primiennienja karbinolowowo kleja k remontam i montažu elektrostancji, Moskwa 1945
5. Pat. Bryt. 577 823 (1946)
6. I. Bursztyn, prace nie opublikowane
7. Aero Digest, **43**, 183 (1943)
8. L. Studzińska, Przem. Chem., **8(31)**, 382 (1952)
9. St. Chudzyński, prace nie opublikowane
10. C. A. Rayner, Structural Adhesives, London 1951
11. S. Hopwood, Plast. Inst. Transactions, **21**, 85 (1953)
12. N. A. de Bruyne, Plastics Progress, London 1951

Dwucyjanodwuamid jako surowiec dla tłoczyw II Tłoczywo melaminowo-dwucyjanodwuamidowe „Ites”

M. Koziński i J. Brzeziński

547.495.9.09:679.564.3

Instytut Tworzyw Sztucznych

W wyniku badań i prób ustalono nowy reżim produkcyjny tłoczywa dwucyjanodwuamido-melaminowego (tłoczywo Ites pat. nr 37371). Własności tłoczywa Ites dorównują własnościom tworzywa melaminowego. Cena natomiast tłoczywa Ites dzięki zastosowaniu jako surowca taniego dwucyjanodwuamidu jest znacznie niższa niż tłoczywa melaminowego.

На основании проведенных исследовательских работ установлен новый производственный режим по получению дицианодиамида-меламинового прессовочного порошка (Итес, патент № 37371). Свойства прессовочного порошка равны свойствам меламиновой пластмассы. Цена прессовочного порошка „Итес” благодаря применению в качестве сырья дешевого дицианодиамида однако гораздо ниже меламинового прессовочного порошка.

As result of investigation an original technological process for the production of dicyan diamide melamine moulding powder („Ites”-Polish patent no 37 371) has been established. The properties of the moulding powder „Ites” equal those of the melamine powders. However the price of „Ites” made of cheap dicyan diamide is much lower than that of melamine powder.

Wprowadzenie

W wyniku prac nad tłoczywami na bazie samego dwucyjanodwuamidu (DCDA) przekonano się, że z DCDA nie można otrzymać tłoczywa o odpowiednich własnościach mechanicznych i odporności na działanie ciepłej wody. Wobec powyższego postanowiono zbadać możliwość uzyskania tłoczywa o lepszych własnościach przez dodanie do DCDA melaminy i łączną kondensację z formaldehydem. Te tłoczywa melaminowo-DCDA miały zastąpić tłoczywa czysto melaminowe.

Dokumentacja

Literatura, dotycząca żywicy i tłoczyw melaminowo — DCDA, okazała się równie skąpa jak dla tłoczyw DCDA. Opisy patentowe, (1, 2, 3, 4), które stanowią jedyną dokumentację, bardzo lakonicznie ujmują metody kondensacji mieszaniny żywicy melaminowo — DCDA. Tylko jeden z nich (3) podaje sposób otrzymywania żywicy i tłoczywa, jednak próby wykonane wg tego patentu dały wynik negatywny, nawet w skali laboratoryjnej otrzymano tworzywo nieodporne na działanie gorącej wody i bardzo kruche.

Część doświadczalna

Prace nad otrzymywaniem tłoczywa „Ites” można podzielić na dwa zasadnicze etapy:

I — prace w skali laboratoryjnej,

II — przystosowanie metody opracowanej na skalę laboratoryjną do skali produkcyjnej.

I. Skala laboratoryjna

Prace w skali laboratoryjnej miały na celu zbadanie zależności między ilością dodawanej melaminy i warunkami kondensacji a własnościami tłoczywa i ustalenie optymalnych warunków postępowania. W tym etapie prac przebieg otrzymywania tłoczywa można przedstawić w następujących punktach:

1. Kondensacja żywicy

Formalinę, zalkalizowaną do pH 8—9 za pomocą węgla guanidyny lub ługu sodowego, wlewano do kolby Witta, dodawano odpowiednie ilości melaminy i DCDA. Stosunek molarowy CH_2O do DCDA równy był 2 do 1, co zostało ustalone w czasie pracy nad tłoczywem z samego DCDA. Stosunek CH_2O do melaminy równy był 3 do 1, co ustalono przy opracowywaniu tłoczywa melaminowego (5). Kondensację prowadzono w temperaturze wrzenia. Sposób kontroli przebiegu kondensacji podany jest niżej (patrz punkt 9 wniosków).

2. Przygotowanie tłoczywa

Tłoczywo sporządzano przez wymieszanie żywicy z rozdrobnioną bieloną celulozą papierniczą w gniotowniku typu Wernera z dodatkiem ok. 1% stearynianu cynku lub stearyny. Suszenie tłoczywa odbywało się w temperaturze ok. 70°C w półkowej suszarni laboratoryjnej. Wysuszone tłoczywo mielono na młynku tarczowym a następnie — w porcelanowym młynku kulowym. Sporządzone w ten sposób próby badano na zawartość części lotnych („wilgoci”), płynność, własności mechaniczne (udarność, wytrzymałość na zginanie), skurcz prasowniczy oraz odporność na działanie wody.

Z bardzo wielu doświadczeń, wykonanych wg powyższego schematu, można wyciągnąć pewne ogólne wnioski o tłoczywach mieszanych melaminowo — DCDA a mianowicie:

1. Dodatek 5% wag. melaminy w stosunku do DCDA umożliwia prasowanie niewalcowanego tłoczywa w temperaturze 130—145°C bez powstawania pęcherzy na wypraskach, czego w przypadku tłoczyw z samego DCDA bez walcowania nie można było uzyskać.

2. Dodatek 5% melaminy nie uodparnia tworzywa na działanie nawet zimnej wody.

3. Dodatek 20—30% melaminy całkowicie uodparnia tworzywo na działanie wody w temperaturze pokojowej. Jednak gorąca woda (czy to przez wylugowanie z masy pewnych związków, czy też wytwarzanie w masie wewnętrznych naprężeń) powoduje po wyjęciu z wody tworzywa i jego wyschnięciu powstawanie na całej powierzchni wyprasek gęstej siatki powierzchniowych spękań, a po pewnym czasie — kruszenie się wyprasek.

4. Stosunek wagowy melamina : DCDA = 1 : 1 jest wystarczający dla otrzymania tworzywa, odpornego na działanie gorącej (wrzącej) wody (tłoczywo „Ites”).

5. Wytrzymałość mechaniczna (udarność) tworzywa wzrasta wraz ze zwiększeniem ilości procentowej melaminy w stosunku do DCDA. Wykonano próby dla 5%, 10%, 15%, 20%, 25% do 100% wag. melaminy w stosunku do DCDA. Wyniki prób były niekiedy rozbieżne ze względu na trudność w uzyskaniu identycznych warunków suszenia tłoczywa jak i prasowania próbných beleczek. Tym niemniej wzrost wytrzymałości tworzywa był widoczny:

przy zawartości	5% melaminy	— 3,5 kg cm/cm ²
„	30% „	— 5,0 kg cm/cm ²
„	100% „	— 8,0 kg cm/cm ²

6. W miarę zwiększania ilości melaminy rozszerza się zakres temperatur prasowania w kierunku wyższych temperatur (do 170°C).

7. Ze względu na płynność i wytrzymałość mechaniczną tworzywa, określono optymalną ilość wypełniacza celulozowego równą sumie ilości DCDA i melaminy użytych do kondensacji. Przy stosowaniu większej ilości celulozy zbyt mała płynność tłoczywa na korzyść nieznacznej poprawy wytrzymałości mechanicznej, natomiast zmniejszenie ilości wypełniacza powoduje zwiększenie płynności kosztem wyraźnego spadku wytrzymałości mechanicznej tworzywa.

8. Nie dostrzega się różnic we własnościach tłoczywa w wypadku alkaliczowania formaliny węglanem guanidyny, czy też ługiem sodowym. Wobec tego ze względów ekonomicznych przyjęto alkaliczowanie formaliny ługiem sodowym.

9. Niezależnie od stosunku melaminy do DCDA, aż do stosunku wagowego 1:1, nie widać zewnętrznych różnic w przebiegu kondensacji. Przy próbach wspólnej kondensacji melaminy i DCDA obawiano się, czy próba zmętnienia kropli żywicy na szkle będzie właściwie wykazywała stopień polikondensacji żywicy, jak to miało miejsce przy żywicach z samego DCDA. Wiadomo jest bowiem, że przy kondensacji żywicy melaminowych również obserwuje się zmętnienie na szkle. Zmętnienie to powstaje w pierwszym etapie kondensacji na skutek wytrącania się metylolomelamin, przy dalszej kondensacji metylolomelaminy znikają, tworząc łańcuchy żywicy, a kropla żywicy melaminowej pozostaje klarowna przez pewien czas po ostygnięciu. Jednak wytrącająca się żywica DCDA i osad metylolomelamin różni się wyraźnie swym wyglądem: w pierwszym przypadku mamy do czynienia z bezzboistą substancją, w przypadku drugim osad ma wyraźnie ziarnisty charakter.

We wszystkich przeprowadzonych przez nas próbach zmętnienie było odrazu bezzboiste, zrazu słabe, przy dalszej kondensacji coraz mocniejsze, aż wreszcie żywica zastygała w formie białej masy.

Przy słabych zmętnieniach, spowodowanych wytrącaniem się hydrofobowej żywicy DCDA, lekko mętna kropla po kilku minutach staje się klarowna, czego nie można było zaobserwować przy wytrącaniu się związków metylolowych melaminy. Zjawisko to prawdopodobnie tłumaczy się odprowadzeniem części wody z gorącej kropli żywicy — w zmniejszonej ilości wody hydrofobowa żywica rozpuszcza się już całkowicie.

Ustalono, że najlepsze własności tłoczywa otrzymywano przy kondensowaniu żywicy tylko do chwili wystąpienia pierwszego zmętnienia kropli żywicy przy ostygnięciu na szkle.

II. Skala półtechniczna

Przy przejściu do otrzymywania tłoczywa „Ites” na skalę półtechniczną wystąpiły nowe trudności, które nie miały miejsca przy pracy w laboratorium. Zostały one prawdopodobnie wywołane koniecznością znacznego przedłużenia czasu suszenia tłoczywa w większej masie. Największa trudność polegała na utrzymaniu tłoczywa o dostatecznej płynności dającego wypraski bez rozwarstwienia. W tłoczach typu aminoplastów o płynności w dużej mierze decyduje wilgotność tłoczywa. Poza tym zwiększenie płynności można osiągnąć przez skrócenie okresu kondensacji żywicy. Wydawałoby się, że dowolna regulacja płynności jest rzeczą bardzo prostą. Jednak zakres wilgotności tłoczywa jest w praktyce ograniczony z jednej strony płynnością, która spada zbyt szybko przy małym procencie wilgoci; z drugiej strony wilgotność nie może być wyższa niż 5–5,5%, gdyż przy większej wilgotności włókienka zaimpregnowanej celulozy stają się zbyt elastyczne, z trudem miela się w młynach kulowych. Długotrwałe mielenie wilgotnego tłoczywa powoduje z kolei nagrzanie się młyna (nawet do kilkudziesięciu stopni), w związku z czym następuje dalszy proces kondensacji żywicy w podwyższonej temperaturze, a w wyniku spadek płynności. Ponadto nadmiar wilgoci w tłoczynie utrudnia jego prasowanie — prasowanie jest dłuższe i wymaga kilkakrotnego odpowietrzania formy. Tak więc wilgotność tłoczywa dla regulowania płynności możemy zmieniać tylko w wąskim zakresie.

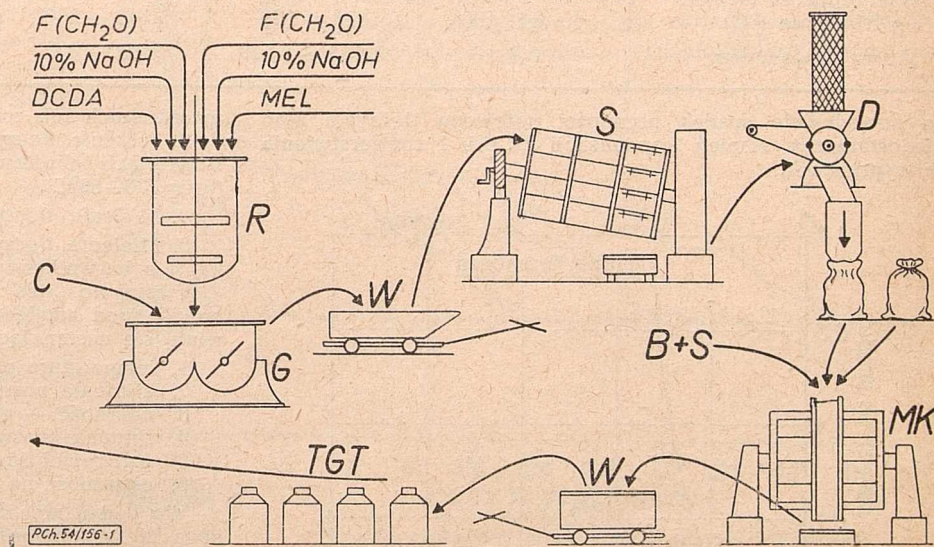
Tabela 1

Przebieg kondensacji

Godz.	Temp. °C	pH	U w a g i
11 ³⁵	20		początek ładowania DCDA i CH ₂ O
11 ⁴⁵	20		koniec „ „ „
			początek ogrzewania
12 ²⁰	91	8,0	początek wrzenia
12 ⁵⁰	95	„	rozcieńczalność 1:2, dodanie melaminy i CH ₂ O
13 ⁴⁰	96	„	początek wrzenia
15 ⁰⁰	96	„	rozcieńczalność 1:3,5. Dodanie EtOH, zamknięcie ogrzewania,
15 ¹⁵	82	„	początek wypuszczania żywicy
15 ²⁵	8	„	koniec „ „

Drugą możliwością regulacji płynności tłoczywa jak wspomniano wyżej jest zmiana stopnia kondensacji żywicy — im stopień kondensacji jest niższy, tym płynność tłoczywa staje się większa. Jednak w tłoczach aminoplastowych niski stopień kondensacji powoduje zwykły spadek wytrzymałości mechanicznej i wodoodporności oraz bąblowanie tłoczywa. W wypadku żywicy melaminowo-DCDA niski stopień kondensacji powoduje ponadto rozwarstwienia tworzywa na wypraskach. Rozwarstwienia spowodowane są występowaniem samej żywicy poza wypełniaczem w postaci maleńkich przezroczystych plamek. Rozwarstwienia te przy normalnym (tzn. przyjętym na skalę laboratoryjną) przebiegu kondensacji występowały nawet przy tak wysokim stopniu kondensacji, gdy płynność tłoczywa znacznie spadała. Tak więc — albo otrzymywano tłoczywo o dostatecznej płynności lecz rozwarstwiający się na skutek stosunkowo niskiego stopnia kondensacji żywicy, albo tłoczywo słabo płynne i bez rozwarstwienia, gdy stopień kondensacji żywicy był wyższy.

Po wykonaniu dodatkowych prób w skali laboratoryjnej i półtechnicznej oraz teoretycznym przeanalizowaniu zagadnienia, ustalono reżim produkcyjny zapewniający otrzymanie tłoczywa (przy wilgotności ok. 5%) o płynności ok. 100 mm, dającego wypraski bez rozwarstwienia o dostatecznej wodoodporności i wytrzymałości mechanicznej. Uzyskanie tego stało się możliwe na skutek wprowadzenia do kondensacji kilku podstawowych zmian. Opracowana metoda produkcji tłoczywa „Ites” jest metodą oryginalną, opatentowaną w Urzędzie Patentowym Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej (Nr patentu: 37371).



Objaśnienia:

F(CH₂O) — formalina
 DCDA — dwucyjanodwuamid
 MEL — melamina
 C — celuloza
 B+S — barwniki i stearyna
 R — reaktor

G — gniotownik
 W — wózki do transportu tłoczywa
 S — suszarnia obrotowa
 D — dezyntegrator
 MK — młyn kulowy
 TGT — transport gotowego tłoczywa

Rys. 1 — Schemat produkcji tłoczywa „Ites”

Cechy specyficzne tej metody można ująć w następujące punkty:

1. Kondensację prowadzi się w dwóch etapach; najpierw kondensuje się DCDA z formaldehydem w stosunku molowym 1:2 do określonego stopnia polikondensacji, a następnie do otrzymanej żywicy dodaje się melaminę i drugą porcję formaliny (stosunek molowy 1:3) i kondensuje się dalej.

Tabela 2

Własności elektryczne tworzyw zbadane przez Instytut Elektrotechniki w Zakładzie Materiałoznawstwa Elektrycznego we Wrocławiu.

Własności	Jedn.	Wymagania dla specjalnych tłoczyw fenol.		Wymagania dla melam. zwykłej celulozow. wg C.Z.V.S. PH-2822	Tworzyw. melam. z Pustkowa	„Ites“
		K-18-2	K-21-22			
1. Oporność wł. powierzchni a) po 48 h klim. 69% wilg. wzgl. b) po 48 h klim. 100% wilg. wzgl.	$\Omega \cdot \text{cm}$ — cm	1.10 ⁹	8.10 ¹²	5.10 ¹⁰	1,2·10 ¹⁰ 4,9·10 ⁹	1,7·10 ¹² 5,6·10 ¹¹
2. Oporność wł. skrośna: a) jak pkt. 1a b) jak pkt. 1b	$\Omega \cdot \text{cm}$	1.10 ⁹	5.10 ¹²	—	4,1·10 ¹¹ 2,1·10 ¹¹	2,7·10 ¹² 2,2·10 ¹²
3. Tangens kąta stratności (f = 50)	—	—	0,09	0,1 (f = 800)	0,42 (f = 1000)	0,07
4. Wytrzymałość dielektryczna	kV/mm	10	13	10	10,3	14,0

Uzasadnienie takiego postępowania oparte jest na kinetyce procesu kondensacji; melamina znacznie szybciej kondensuje w temperaturze wrzenia i przy pH > 8, niż DCDA. Wobec tego przy równoczesnej kondensacji melaminy i DCDA następował albo zbyt wysoki stopień skondensowania melaminy,

2. Dodawanie formaliny w dwóch etapach jest uzasadnione obawą przed niepożądanym, nieprawidłowym biegiem kondensacji DCDA z nadmierną ilością formaldehydu. Wynikiem tej nieprawidłowości jest spadek odporności na działanie wody, badania nasze bowiem wykazały, że im stosunek CH₂O do DCDA jest wyższy, tym niższa jest odporność otrzymanego tworzywa na działanie wody.

3. Pod koniec procesu kondensacji, rozcieńcza się żywicę pewną ilością alkoholu etylowego, który zmniejsza lepkość żywicy. W celu uniknięcia rozwarstwienia kondensację prowadzi się w stopniu daleko posuniętym, co powoduje wzrost lepkości żywicy do tego stopnia, że celuloza impregnowana tą żywicą (bez rozcieńczania alkoholem) zbijałaby się w duże, trudne do suszenia kawałki.

Dla lepszej ilustracji przebiegu otrzymywania tłoczywa „Ites” podajemy poniżej schemat cyklu produkcyjnego tego tłoczywa i tabelę przebiegu kondensacji, wykonanej w skali technicznej (szarża 440 kg tłoczywa) w Zakładach Tworzyw Sztucznych w Pustkowie.

Cykl produkcyjny tłoczywa „Ites” można przedstawić w następujących punktach:

1. Kondensacja żywicy: I etap — kondensacja DCDA z formaliną w temperaturze wrzenia przy pH > 8,0 do określonej strącalności *),

II etap — dodanie drugiej porcji zalkalizowanej formaliny i melaminy oraz dalsza wspólna kondensacja w temp. wrzenia żywicy DCDA i melaminowej również do określonej strącalności.

III etap — dodanie alkoholu etylowego i wymieszanie przy wyłączonym ogrzewaniu.

2. Impregnacja celulozy skondensowaną żywicą. Do impregnacji używa się gniotowników typu Wernera - Pfeidertera. Celulozę stosuje się

Tabela 3
Własności mechaniczne podane przez Pracownię Ocen i Pomiarów w I.T.S. (Warszawa).

Rodzaje badań	Norma dla aminopl. (wg TOMChP 32—48)	Tłocz. mocznikowe wyprodukowane przez ZPTS w Pustkowie	Tłocz. melaminowe wyproduk. przez ZPTS w Pustkowie	„Ites“
Udarność (kg cm/cm ²)	5—6	ok. 6,0	6—7,5	7,3—9,2
Zginanie statyczne (kg/cm ²)	600—800	ok. 800	800—1000	857—962
Wytrzymałość cieplna wg Martensa (°C)	powyż. 100	126—129	140—160	138—141
Skurcz prasowniczy	0,8	0,445—0,610	0,5—0,6	ok. 0,6

co powodowało spadek płynności gotowego tłoczywa albo niedostateczny stopień kondensacji DCDA i rozwarstwienia w wypryskach.

w arkuszach lub rozdrobnioną na wate.

3. Suszenie tłoczywa. Suszenie odbywa się w półkowych suszarniach obrotowych z przepływem gorącego powietrza (temp. 70—80°C).

4. Mielenie tłoczywa na dezintegratorze

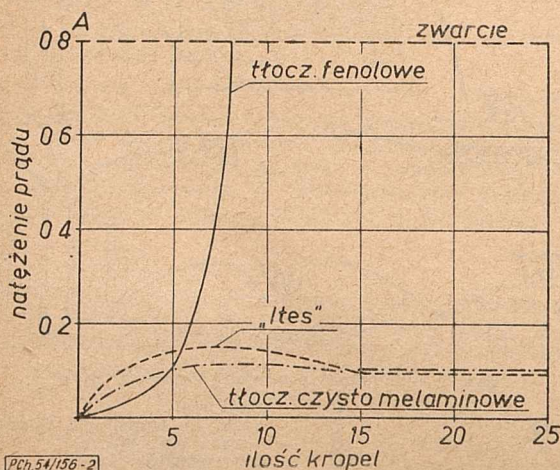
5. Mielenie tłoczywa ze stearyną (lub stearynianem cynku) i z barwnikami lub pigmentami w młynach kulowych.

Tworzywo „Ites” nie ustępuje tworzywom czysto melaminowym pod względem wyglądu, a własności jego przedstawiają się następująco:

- temperatura prasowania — 145—165°C,
- ciśnienie prasowania — 250—300 kg/cm²,
- udarność — ok. 9 kg na cm/cm²,
- zginanie statyczne — ok. 900 kg/cm²,
- wytrzymałość cieplna wg Martensa — 140—150°C,
- odporność na wrzącą wodę — dobra.

Wg badań przeprowadzonych przez Zakład Materiałoznawstwa Elektrycznego Instytutu Elektrotechniki tłoczywo „Ites” nadaje się do produkcji ważnych elementów elektrotechnicznych pracujących w warunkach dużej wilgotności i pod wy-

*) Strącalność określa się za pomocą miareczkowania wodą pewnej objętości ochłodzonej żywicy do wystąpienia zmętnienia na skutek wytrącenia się hydrofobowej żywicy. Miara strącalności jest stosunek objętości dodanej wody do początkowej objętości próbki żywicy.



PCh 54/156-2

Rys. 2 — Odporność na działanie prądów przelajacych.

sokim napięciem (np. styczniki zainstalowane w kopalniach węgla). Odporność tego tłoczywa na prądy pełzające nie ustępuje odporności tworzywa melaminowego (rys. 2).

Poniżej podajemy własności elektryczne tłoczywa „Ites” w porównaniu z wynikami otrzymanymi z tłoczywem czysto melaminowym, oraz własności mechaniczne tłoczywa „Ites” w porównaniu z dotychczas produkowanymi tłoczywami w Polsce.

Literatura

1. Patent amerykański 2.286.228, Ripper K. E., 1942
2. " " 2.333.390, Ripper K. E., 1943
3. " " 2.336.376, Ripper K. E., 1943
4. " " 2.378.362, Ripper K. E., 1943
5. Brzeziński J., Prace bad. Gł. Inst. Chemii Przem., 5, 41 (1952).

Otrzymano 13.V.54

Warunki krystalizacji ortofosforanu jednosodowego

A. Swinarski i O. Woyzbun

661.635.211:66.065.5

Uniw. Im. M. Kopernika w Toruniu

Zbadano wpływ stężenia, czasu krystalizacji i temperatury na czystość kryształów fosforanu jednosodowego. Stwierdzono, że dla otrzymania czystych kryształów należy warunki chłodzenia roztworu krystalizującego dostosować tak do jego stężenia, aby cały proces krystalizacji przebiegał przy przesyleniu roztworu nie przekraczającym 15% całkowitej rozpuszczalności w danej temperaturze.

Исследовано влияние концентрации, времени кристаллизации и температуры на чистоту кристаллов однозамещенного фосфорнокислого натрия. Установлено, что для получения чистых кристаллов необходимо подобрать условия охлаждения кристаллизационного раствора к его концентрации таким образом, чтобы пересыщение раствора во время кристаллизационного процесса не превышало 15% всей растворимости в данной температуре.

The influence of concentration, time of crystallization and temperature on the purity of monosodium orthophosphate crystals has been investigated. It has been found that to obtain clear crystals, the conditions of cooling the crystallizing solution should be adjusted to its concentration in such a manner, that the crystallization proceeds at supersaturation of solution which does not exceed 15% of the total solubility at given temperature.

Wstęp

Tematem pracy było stwierdzenie wpływu stężenia, czasu krystalizacji i temperatury na czystość kryształów fosforanu jednosodowego. Do badań użyto roztworów chemicznie czystego fosforanu, do których dodawano znanych ilości siarczanu sodowego i chlorku żelazowego, stanowiących typowe zanieczyszczenia techniczne produkcji.

Czystość produktów krystalizacji oznaczano analitycznie w przeliczeniu na roztwór (35% P_2O_5) fosforanu jednosodowego. Zawartość jonu SO_4^{2-} i Fe^{+++} wyrażono w postaci Na_2SO_4 i Fe_2O_3 .

Krystalizację przeprowadzono w ruchu, co osiągnęto przez równomierne mieszanie roztworu (28 obr./minutę).

Ilość wykrysztalizowanego produktu oznaczono wagowo po odsączeniu na lejku Büchnera od ługów pokrysztalizacyjnych i wysuszeniu w ciągu 24 godz. na powietrzu.

Surowe kryształy oczyszczano przez przemycanie na lejku Büchnera rozpyloną wodą destylowaną o temp. 30°C w ilości równej wadze przemycanego produktu.

Krystalizację przeprowadzano z roztworów o czterech stężeniach 50° — 52° — 54° — 56° Bé (w temp. 15°C).

Stosowano trzy czasy trwania krystalizacji: a) czas — 48 godz, b) czas — 36 godz, c) czas — 24 godz. Krystalizacja przebiegała w trzech różnych warunkach temperatury:

t_1 — temperatura początkowa krystalizacji 70°C, normalny spadek temperatury roztworu powodowany chłodzeniem powietrznym do temp. otoczenia 18°C.

t_2 — temperatura początkowa krystalizacji 70°C, silne chłodzenie strumieniem wody do temp. otoczenia 18°C.

t_3 — temperatura początkowa 70°C, następnie 50% czasu krystalizacji utrzymywano temp. 40°C, 25% czasu krystalizacji 30°C, po czym chłodzono z zewnątrz powietrzem do temperatury otoczenia 18°C.

Roztwór macierzysty zawierał (po przeliczeniu na 35% P_2O_5):

Fe_2O_3 — 0,52%; Na_2SO_4 — 4,20%

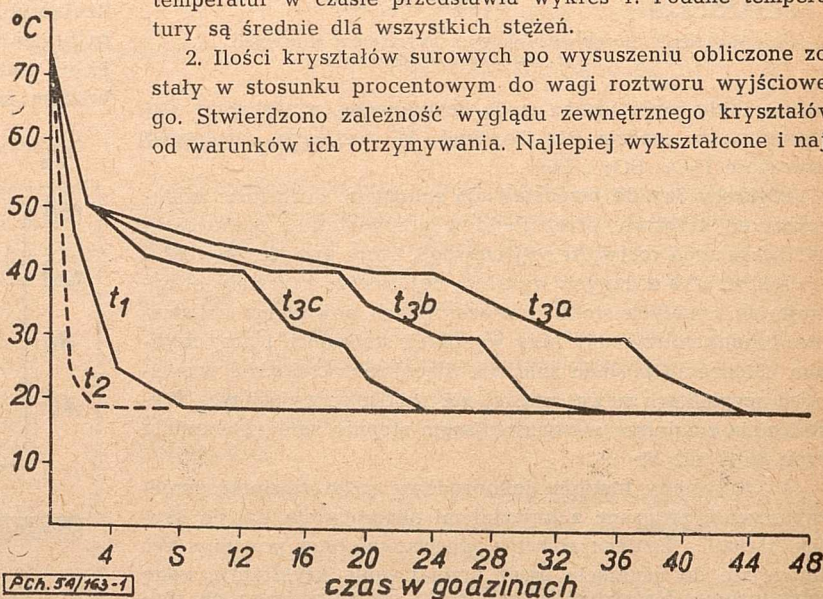
Ten skład zanieczyszczeń odpowiada średniej ilości zanieczyszczeń spotykanych przy przemysłowej produkcji ortofosforanu jednosodowego z technicznego kwasu fosforowego zobojętnionego technicznym węglanem sodu wobec oranżu metylowego.

Część doświadczalna

1. Zgodnie z podanymi założeniami wszystkie temperatury wyjściowe krystalizacji były sobie równe i wynosiły 70°C.

Przebieg chłodzenia roztworów krystalizujących i rozkład temperatur w czasie przedstawia wykres 1. Podane temperatury są średnie dla wszystkich stężeń.

2. Ilości kryształów surowych po wysuszeniu obliczone zostały w stosunku procentowym do wagi roztworu wyjściowego. Stwierdzono zależność wyglądu zewnętrznego kryształów od warunków ich otrzymywania. Najlepiej wykształcone i naj-



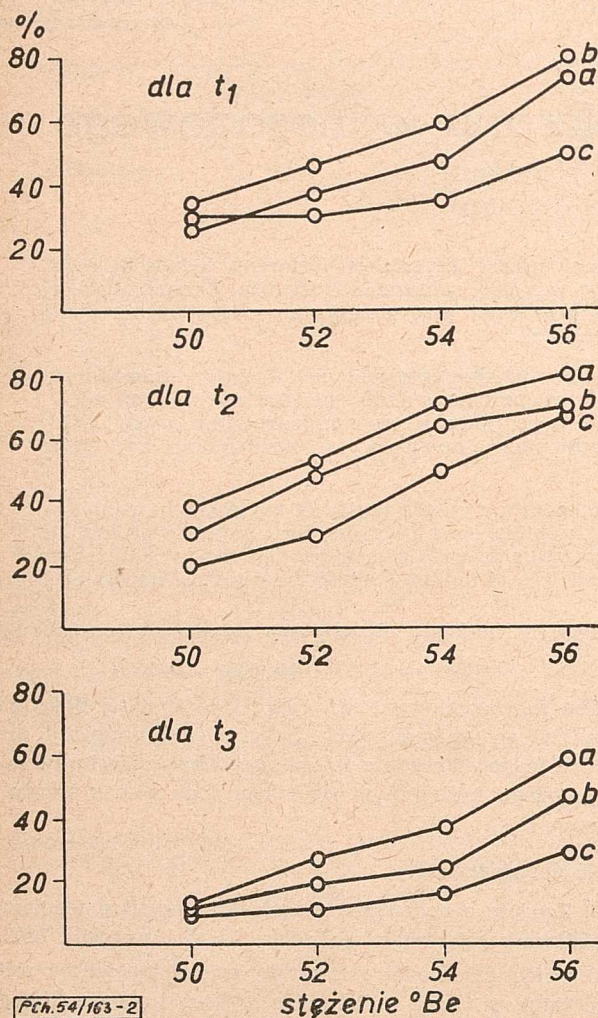
Wykres 1. Rozkład temperatur w okresie krystalizacji

większe kryształy otrzymano przy stężeniach najniższych i w warunkach chłodzenia t_3 .

Kryształy otrzymane przy stężeniach wysokich (zwłaszcza w warunkach chłodzenia t_2) są drobne, zbite i trudne do od-

dzielenia od ługów. Stosunek procentowy wagi otrzymanych kryształów do roztworu wyjściowego ilustruje wykres 2.

3. Stosunek zanieczyszczeń do zawartości fosforanu jednosodowego podany we wstępie utrzymany był we wszystkich roztworach poddawanych krystalizacji. Otrzymane kryształy



Wykres 2. Ilości wysuszonych kryształów surowych w % wag. roztworu wyjściowego

surowe były przemywane wodą destylowaną, a następnie rozpuszczane w wodzie destylowanej. W roztworze oznaczano zawartość P_2O_5 , SO_4^{2-} , Fe^{+++} .

Wykresy 3a i 3b przedstawiają zmiany w zawartości zanieczyszczeń kryształu przemysłowego w porównaniu z zawartością zanieczyszczeń roztworu wyjściowego, które przyjęto za 100%.

Jak wynika z danych wykresu, najczystsze kryształy otrzymuje się z małych stężeń i w warunkach powolnego chłodzenia. Produkt otrzymany przy wysokich stężeniach i przy szybkim chłodzeniu posiada znacznie więcej zanieczyszczeń, w pewnych wypadkach nawet więcej niż roztwory wyjściowe. Krystalizacja zmniejsza w znacznym stopniu zanieczyszczenia typu SO_4^{2-} niż Fe^{+++} .

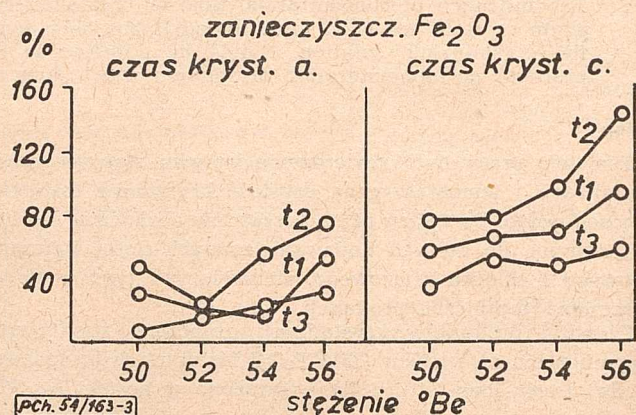
4. Otrzymany fosforan jednosodowy może zawierać zanieczyszczenia związane z kryształami adsorpcyjnie lub na skutek okluzji. Zanieczyszczenia pierwszego typu powinny być łatwiejsze do usunięcia przez przemywanie kryształów wodą destylowaną. Natomiast w przypadku zanieczyszczeń na skutek okluzji, przemywanie kryształu nie powinno znacznie zmniejszyć ich procentowej zawartości.

Wykres 4 przedstawia wpływ przemywania kryształów fosforanu jednosodowego wodą destylowaną na zawartość zanieczyszczeń, obliczony w procentowym stosunku do zanieczyszczeń w kryształach surowych.

Z wykresu 4 wynika, że w warunkach chłodzenia t_2 i częściowo t_1 znaczna część zanieczyszczeń związana jest z kryształami przez okluzję. Znaczną okluzję obserwuje się także przy wysokim stężeniu roztworu poddawanego krystalizacji.

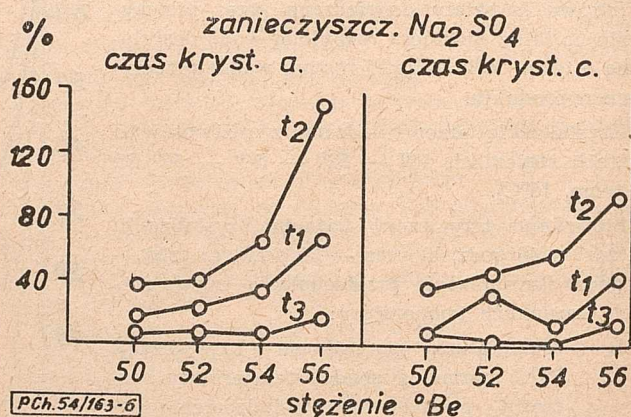
Najkorzystniejsze wyniki krystalizacji otrzymuje się w wypadku powolnego chłodzenia roztworu krystalizującego. We wszystkich próbach stwierdzono, że Fe^{+++} łatwiej niż SO_4^{2-} tworzy zanieczyszczenia związane okluzyjnie. Dla wysokich stężeń stwierdzono ponadto występowanie wyższego stopnia zanieczyszczenia po przemyciu niż przed przemyciem. Fakt ten wskazuje, że w pierwszym okresie krystalizacji okludza zanieczyszczeń była najsilniejsza. Wpływało na nią zbytne przesylenie roztworu krystalizującego uzyskane przez gwałtowne chłodzenie. W miarę wytrącania się kryształów z roztworu zmniejsza się szybkość krystalizacji, a jednocześnie także ilość związanych okluzyjnie zanieczyszczeń. Przemycanie kryształów surowych powoduje rozpuszczanie się zewnętrznej najczystszej ich warstwy, pozostają natomiast kryształy silniej zanieczyszczone.

5. Posługując się tabelą rozpuszczalności fosforanu jednosodowego, opracowaną przez Akira Imadsu¹⁾, można oznaczyć na wykresie rozpuszczalność fosforanu jednosodowego w poszczególnych temperaturach chłodzenia roztworu krysta-



Wykres 3a. Zawartość zanieczyszczeń kryształów w % zanieczyszczeń roztworu wyjściowego. Zanieczyszczenie Fe_2O_3

lizującego. Wprowadzając na ten sam wykres stężenie roztworu krystalizującego w czasie przebiegu krystalizacji, otrzymuje się wartość stopnia przesylenia roztworu w dowolnie wybranym momencie krystalizacji.

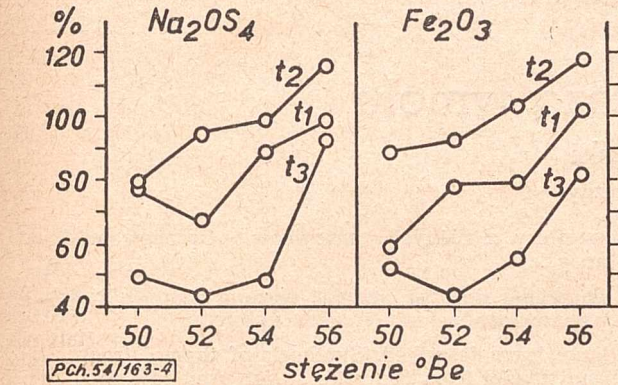


Wykres 3b. Zanieczyszczenie $Na_2SO_4^*$

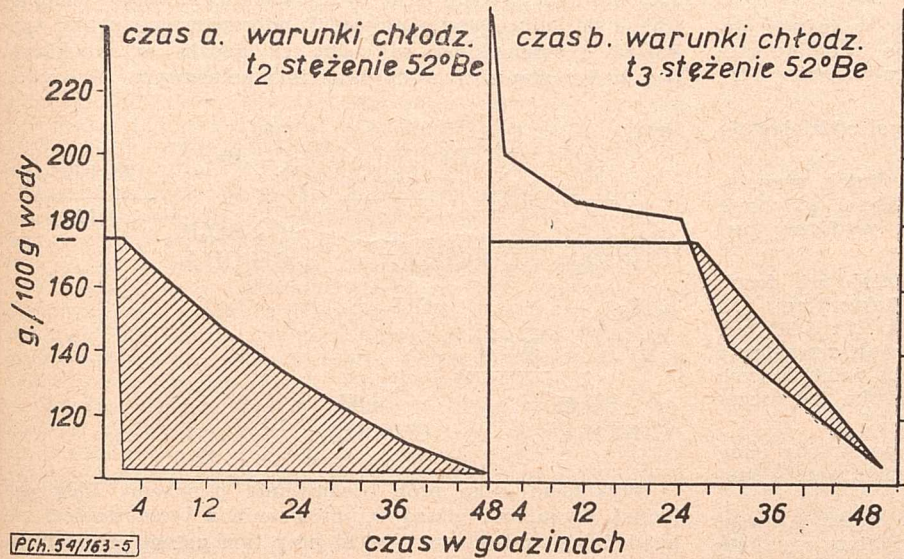
Porównując średni procent przesylenia roztworu w czasie krystalizacji z czystością otrzymanych kryształów, można wyciągnąć wnioski odnośnie górnej granicy przesylenia roztworu, pozwalającej na utrzymanie dostatecznej czystości kryształów. Średni procent przesylenia roztworu wyliczyć można dla

¹⁾ Kolejność napisów na rysunku „czas kryst. a” i „czas kryst. c” jest niewłaściwa.

każdego typu krystalizacji porównując powierzchnię pola zawartą między dwiema krzywymi wykresu 5 z powierzchnią zawartą między osiami układu a krzywą nasycenia. Porównanie to wykonane dla warunków krystalizacji dających najczystszy produkt (stężenie 50 — 52°Bé, warunki chłodzenia t₃)



Wykres 4. Wpływ przemywania na zawartość zanieczyszczeń w kryształach oczyszczonych w stosunku do surowych**)



Wykres 5. Stopień przesycenia roztworu w czasie krystalizacji w różnych warunkach chłodzenia

Tabela 1
Rozpuszczalność ortofosforanu jednosodowego w zależności od temperatury

Temp. 0°C	Rozpuszcz. soli bezwod. w 100 g wody	Temp. 0°C	Rozpuszcz. soli bezwod. w 100 g wody
1	59,08	42	143,83
3	61,47	45	148,20
5	63,82	50	158,61
10	69,87	52	163,84
15	76,72	55	170,85
20	85,21	56	173,23
25	94,63	57	175,81
27	99,20	58	177,24
28	101,71	60	179,33
30	106,45	62	181,35
31	108,93	65	184,99
33	114,31	69	190,24
34	117,14	80	207,29
35	120,44	90	225,31
37	126,76	99,1	246,56
40	138,16		
41	142,55		

***) Na rysunku zamiast Na₂OS₄ powinno być Na₂SO₄.

Tabela 2
Porównanie ilości otrzymanych kryształów surowych w % wagi roztworu wyjściowego z ilością kryształów wyliczoną teoretycznie z rozpuszczalności

Warunki krystalizacji stęż. czas kryst. chłodz.			Ilości kryształów z wykresu 2 w % wagi roztworu wyjściowego	Teoretyczne ilości kryształów w % wagi roztworu wyjściowego	Różnica w % określająca zanieczyszczenia
50°Be	a	t ₁	24	40	—
52°Be	a	t ₁	37,3	46,7	—
54°Be	a	t ₁	46,4	52,5	—
56°Be	a	t ₁	72,0	58,2	13,8
50°Be	a	t ₂	17,0	40,0	—
52°Be	a	t ₂	28,1	46,7	—
54°Be	a	t ₂	38,4	52,5	—
56°Be	a	t ₂	60,0	58,2	1,8
50°Be	a	t ₃	38,1	40,0	—
52°Be	a	t ₃	53,0	46,7	6,3
54°Be	a	t ₃	70,0	52,5	17,5
56°Be	a	t ₃	80,0	58,2	21,8

wykazuje średnią wartość w granicach 12 — 15% przesycenia roztworu krystalizującego.

Porównanie ilości kryształów surowych podane na wykresie 2 z wyliczoną teoretycznie ilością kryształów, jaka powinna się wytrącić z roztworu po jego ochłodzeniu do temperatury pokojowej przedstawione jest w tabeli 2.

Jeżeli ilość praktycznie otrzymanych kryształów jest wyższa od teoretycznej, świadczy to o zanieczyszczeniu ciałami obcymi względnie wodą. Wyniki podane w ostatniej rubryce tabeli 2 wykazujące wyższe ilości otrzymanych kryształów od teoretycznie możliwych potwierdzają poprzednio wyciągnięte wnioski o najniekorzystniejszych warunkach krystalizacji przy wysokich stężeniach wyjściowych (56°Bé) i przy gwałtownym chłodzeniu roztworu (t₂).

Dyskusja wyników

Przeprowadzona praca daje cyfrowe wyniki krystalizacji fosforanu jednosodowego w zależności od parametrów stężenia i temperatury krystalizacji. Zastosowany trzeci parametr czasu trwania krystalizacji nie ma praktycznego znaczenia, gdyż nie odpowiada warunkom technologicznym. Obydwa pierwsze parametry wpływają na ten sam czynnik krystalizacji, tj. na przesycenie roztworu krystalizującego.

Zestawienie wyników uwidocznionych w poszczególnych wykresach pozwala na wysunięcie następujących wniosków praktycznych:

1. Nie należy stosować do krystalizacji roztworów o stężeniu poniżej 50°Bé (c. w. 1,530) ze względu na zbyt małą wydajność kryształów.
2. Dobre wydajności i czysty produkt krystalizacji otrzymuje się przy stężeniu roztworu wyjściowego w granicach 52 — 54°Bé (c. w. 1,560 — 1,600).
3. Przy normalnie spotykanych w roztworze krystalizującym ilościach zanieczyszczeń, zastosowanie stężenia wyjściowego 50 — 52°Bé, w odpowiednich warunkach powolnego chłodzenia, powinno dać produkt, którego

zanieczyszczenia stanowią 20 — 30% zanieczyszczeń roztworu wyjściowego.

4. Dla otrzymania czystych kryształów należy warunki chłodzenia roztworu krystalizującego tak dostosować do jego stężenia, aby cały proces krystalizacji przebie-

gał przy przesyleniu roztworu nie przekraczającym 15% całkowitej rozpuszczalności w danej temperaturze.

Otrzymano 26.V.54

Literatura

1. Akira Imadsu, Memoirs College Scien. Eng., Kyoto. Imp. Univ. (1911), 251

Badania nad syntezą tymolu

A. Korkuczański

Instytut Farmaceutyczny

547.563.162.1.07

Opisano działanie fizjologiczne i reakcje tymolu. Podano metody syntezy z różnych surowców. Opracowano syntezę tymolu z p-cymenu, surowca dotychczas niewykorzystanego.

Изложено физиологическое действие и реакции тимола. Описаны методы синтеза тимола из разного сырья. Разработан синтез тимола из п-цимена, сырья неизпользованного до нынешнего времени.

The physiological effects and chemical reactions of thymol have been described. Synthesis of thymol from various raw materials have been given. A method of synthesizing thymol from the little so far used raw material, p-cymene, has been worked out.

Jednym z silnie działających środków antyseptycznych jest tymol, tj. 3-hydroksy-1-metylo-4-izopropylbenzen.

Jest to związek szeroko rozpowszechniony w świecie roślinnym strefy śródziemnomorskiej. Występuje w olejku eterycznym tymianku (*Thymus vulgaris*), olejku owoców *Ptychotis Ajowan* i *Monarda punctata*.

Tymol mimo swego charakteru fenolowego oddziałuje dość łagodnie na skórę i błony śluzowe.

Podany w nadmiarze przyspiesza tętno wskutek wywołania niedomogi sercowej, doprowadza do zapaści i wywołuje zaburzenia ośrodka oddechowego. Z ustroju wydalaný jest z moczem jako tymolosiarczan sodowy (1).

Tymol działa bakteriobójczo 25 razy silniej niż fenol. W stężeniu 1:3000 hamuje wzrost flory bakteryjnej ran otwartych. Nasycony roztwór wodny tymolu (1:1100) nie działa drażniaco. Używany jest jako antyseptyk zewnętrzny i stosuje również go się doustnie w kapsułkach żelatynowych jako środek przeciwczerwiowy. Najwyższa dawka jednorazowa wynosi 1,0 g; najwyższa dawka dzienna — 5 g.

Tymolu używa się również do specyfików do higieny jamy ustnej. Jako półprodukt jest używany do otrzymywania syntetycznego mentolu.

Przed rokiem 1914 otrzymywano tymol z olejku Ajowan. Po pierwszej wojnie światowej opracowano syntezę na skalę techniczną, głównie z m-krezolu i jego pochodnych.

Reńska Fabryka Kamfory ogłosiła kilkadziesiąt patentów na otrzymywanie tymolu (2). Surowcem wyjściowym był przeważnie m-krezol, grupę izopropylową wprowadzano działaniem izopropanolu, halogenku izopropylu lub propyleny pod ciśnieniem 20—40 atm., w temperaturze 300—400° w obecności katalizatorów otrzymując tymol w jednym przejściu.

Schering ogłosił 3 patenty na otrzymywanie tymolu z acetylo-krezolu (3). Literatura patentowa opisuje ponadto kilka metod otrzymywania tymolu z p-cymenu. Wymienione metody obejmują kilka stadiów przejściowych, w wyniku czego ostateczna wydajność jest niewielka.

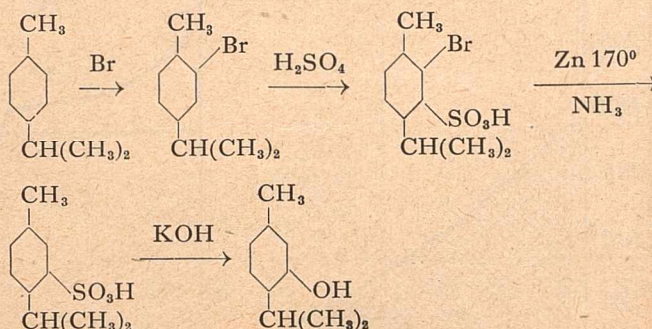
Surowcem używanym do syntezy tymolu jest m-krezol. W Polsce surowiec ten jest deficytowy. W dziedzinie surowców krajowych dysponujemy jedynie tzw. m-krezolem, który zawiera 55—60% m-krezolu i 40—45% p-krezolu.

Z przyczyn powyższych podjęto pracę nad syntezą tymolu z p-cymenu. p-Cymen jest w polskim przemyśle celulozowym produktem odpadkowym powstającym w procesie termicznym na skutek odwodornienia terpenów.

Podane w piśmiennictwie metody syntezy tymolu z p-cymenu, które charakteryzowały się dużą ilością przejść zostały w pracy niniejszej pominięte (4).

Zwrócono uwagę na patent Mc. Kee, który otrzymywał 85% karwakrolu i 15% tymolu (5) na drodze sulfonowania p-cymenu i stapiania produktów sulfonowania z ługiem. Próby odtworzenia tego patentu dały 7—8% tymolu. Podnosząc stężenie dodawanego kwasu siarkowego do 100% i temperaturę w procesie sulfonowania od 20 do 95°, starano się stosunek ten zmienić na korzyść tymolu, nie udało się jednak otrzymać więcej niż 10% tymolu.

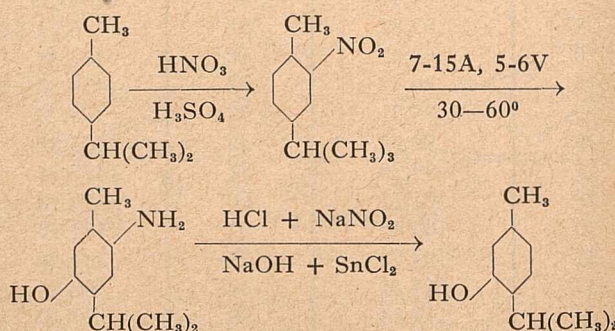
W innej metodzie Dinesmann (6) bromował p-cymen celem zablokowania pozycji orto w pierścieniu, następnie sulfonował, a po sulfonowaniu prowadził odbromowanie pyłem cynkowym i amoniakiem w ciągu 18 godzin w autoklawie i w końcu stapiał z wodorotlenkiem potasowym.



Wykonano kilka prób bromowania p-cymenu. Dały one jednak wydajność niższą w porównaniu z bromowaniem odpowiedniego p-ksyleny. Jest to przy tym patent przestarzały, a jego wykorzystanie wymaga użycia importowanego bromu.

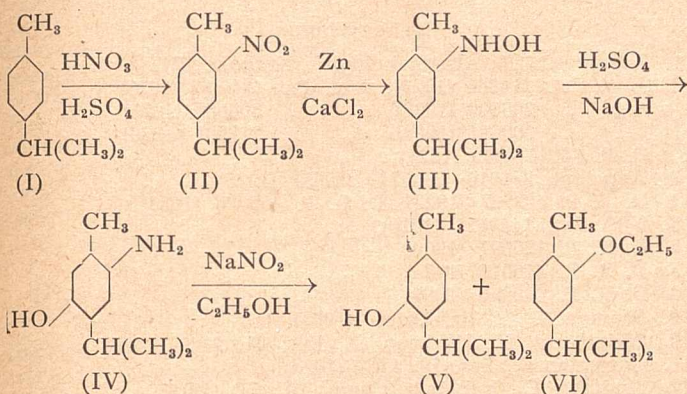
Sprawdzona również została metoda elektrolityczna Austerweila (7), który oparł się na reakcji elektrolitycznej redukcji nitrobenzenu do p-aminofenolu według Gattermanna z r. 1893.

Według Austerweila metoda redukcji 2-nitro-p-cymenu daje zadowalającą wydajność przy użyciu elektrod węglowych i 92% kwasu siarkowego. Elektrolizę wykonano w różnych modyfikacjach, lecz elektrody w zaleconym kwasie siarkowym ulegały szybkiemu zniszczeniu.



Korozja elektrod grafitowych i nawet ołowiowych wyklucza stosowanie powyższej metody.

Najbardziej realną i możliwą do praktycznego wykorzystania wydawała się metoda oparta na następujących reakcjach:



Metoda ta jest przedmiotem drugiego patentu Austerweila (8).

Różni autorowie polemizowali w ciągu przeszło 70-ciu lat na temat nitrowania p-cymenu (9, 10, 11). Wszyscy jednak zgadzali się, że produkty uboczne powstające podczas nitrowania zawierają p-tolilometyloketon (p-metyloacetofenon) i że część p-cymenu nie ulega nitrowaniu i może być odzyskana po destylacji z parą wodną.

W nowszych czasach Andrews znitrował p-cymen (12) z wydajnością ok. 60%, stosując mieszaninę kwasu siarkowego i dymiącego kwasu azotowego.

Dalszy etap syntezy, tj. redukcję związku (II) do hydroksyloaminocymenu (III), oparto na analogicznej reakcji, którą wyczerpująco zbadał Bamberger (13, 14, 15, 16) dla innych związków nitrowych, stosując pył cynkowy w obecności chlorku amonu w roztworze wodno-alkoholowym. Lumière i Seyewetz (17) w przypadku analogicznego 2-nitro-p-ksylenu ogrzewali mieszaninę reakcyjną do wrzenia, a zamiast chlorku amonu stosowali chlorek wapnia.

Przegrupowanie pochodnej hydroksyloaminowej (III) do p-aminofenolowej (IV), tj. do aminotymolu (13, 18, 19) odbywa się przy pomocy stężonego kwasu siarkowego. Mechanizm tego przegrupowania podaje również Bamberger (20).

W reakcji przegrupowania związku III do IV obserwowano tworzenie się smolistych brunatnych substancji ubocznych. Powstanie ich można przypisać prawdopodobnie tworzeniu się związków indolowych, podobnie jak to Bamberger zaobserwował przy przegrupowaniu fenylohydroksyloaminy.

Ostatnia faza syntezy to usunięcie grupy aminowej (V), które w literaturze patentowej opisane jest bardzo ogólnikowo. Zagadnienie to rozwiązano stosując metodę rozkładu związku dwuazoniowego (21, 22, 23) w roztworze alkoholowo-wodnym.

Część doświadczalna

p-Cymen

500 g terpentyny siarczynowej, pochodzącej z zakładów celulozowych wytrąsano z wodorotlenkiem wapnia, rozdzielano i przemywano w rozdzielaczu dwukrotnie wodą. Jasnobrunatny olej destylowano z parą wodną. Destylat zbierający się nad wodą był jasnożółty.

Po oddzieleniu produktu i wysuszeniu go bezwodnym chlorkiem wapnia p-cymen frakcjonowano przy użyciu kolumny Widmera (na szlifach). Kolumnę uzupełniono nasadką destylacyjną. Zbierano frakcję w granicach temperatur 173–178° (28). Wydajność: 410 g (82%). Gęstość określona piknometrem d_{20}^{20} : 0,855–0,859. Współczynnik załamania (refraktometr Abbego) n_D^{20} : 1,4932–1,4935.

W kolbie destylacyjnej pozostał głównie limonen.

2-Nitro-p-cymen

Do 1 mola p-cymenu (134 g) dodano 1 mol kwasu siarkowego o ciąż. wł. 1,84, oziębiano do –20°C w łaźni lodowej z dodatkiem soli mieszając ok. 15 min. Do silnie oziębionej mieszaniny dodawano po kropli 100 g kwasu azotowego o ciężarze właściwym 1,52 i 200 g kwasu siarkowego o ciąż. wł. 1,84 utrzymując temperaturę –2 – 0°C i mieszając energicznie. Nitrowanie trwało ok. 8 godzin, reakcja przebiegała gładko bez wytworzenia tlenków azotu (12). Pod koniec reakcji mieszanina stała się brunatno-czerwona i bardzo gęsta.

Po znitrowaniu kontynuowano mieszanie w ciągu 0,5 godz. w temperaturze 0°C i następnie dodano wodę w ilości równej objętości mieszaniny. Produkt nitrowania przemyto rozcieńczonym roztworem wodorotlenku sodowego i w końcu 1 l

wody do odczynu obojętnego. Czerwony produkt destylowano z parą wodną.

Na początku destylował nieprzereagowany p-cymen (słomkowożółta ciecz nad powierzchnią wody), następnie ciemnożółty 2-nitrocymen zbierający się na dnie.

Po rozdzieleniu p-cymenu (w ilości do 18%) zwracano go do nitrowania, a nitrocymen osuszony poddawano destylacji próżniowej o temperaturze 137–140° pod ciśnieniem 18–20 mm Hg. Wydajność 98 g (55%). Analiza dla wzoru $\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{NO}_2$:

obliczono: N — 7,83%

otrzymano: N — 7,72%.

W kolbie po destylacji z parą wodną pozostawał czarnawy olej — dwunitrocymen (10).

2-Hydroksyloamino-p-cymen

Do kolby umieszczonej na łaźni wodnej wiano 850 ml (650 g) etanolu 95%, wsypano 350 g krystalicznego chlorku wapnia i mieszano na zimno w ciągu 15 min. do momentu rozpuszczenia większej części chlorku wapnia. Następnie wiano 180 g (1 mol) nitrocymenu, dodano porcjami w ciągu 20 min. 150 g (120% mol) pyłu cynkowego i mieszano w ciągu 1 godziny. Z kolei podgrzano na łaźni wodę i mieszano 1 godzinę w temperaturze 75–80°. Płynny mieszaną się dobrze z pyłem cynkowym, przy czym wydziela się wodór, który redukuje grupę nitrową do hydroksyloaminowej. Następnie nadmiar cynku odsącza się i przemywa etanolem aż do zniknięcia żółtawych kropeł przesączu alkoholowego.

Z połączonych przesączów oddestylowano etanol, zaś 2-hydroksyloamino-p-cymen (III) wytrącono wlewając otrzymany olej do roztworu wodnego wodorotlenku sodowego z lodem. Jasnożółtawy osad soli sodowej hydroksyloaminy odsączono i wysuszono w atmosferze gazu obojętnego.

W reakcji powstaje jako produkt uboczny 2-amino-p-cymen oraz odzyskuje się ok. 14% nieprzereagowanego 2-nitro-p-cymenu (II).

W celu usunięcia wymienionych ciekłych produktów ubocznych osad dokładnie wyciskano na sączku, następnie suszono w eksykatorze próżniowym nad bezwodnym chlorkiem wapnia. Przy próbach oczyszczenia hydroksyloaminowa pochodna sodowa (III) utleniała się, przybierając ciemny odcień, zaniechano przeto jej krystalizacji. Jako sól sodowa związek nie topi się do 360°C. Otrzymano 120 g żółtawej (o różowym odcieniu) pochodnej sodowej, co odpowiada wydajności 64%.

Przy pomocy analizy manganometrycznej surowej soli sodowej hydroksyloaminy obliczono (na podstawie zawartości grupy hydroksyloaminowej), że produkt jest 75%. Im dokładniej usuwano z soli sodowej 2-hydroksyloamino-p-cymenu 2-amino-p-cymen i nieprzereagowany p-nitrocymen, tym produkt był trwalszy. Dopiero po kilku tygodniach produkt przybierał odcień brunatny.

2-amino-4-izopropyl-5-hydroksytoluen

Kolbę trójszyjną 1 litrową z mieszałem i termometrem umieszczono na łaźni z lodem. Do kolby dodano 100 g suchej pochodnej hydroksyloaminowej (III) i wiano stopniowo 180 ml (330 g) stężonego kwasu siarkowego utrzymując temperaturę 0–15°C.

Stopniowo podgrzewano łaźnię aż do stopienia lodu i następnie do 85–90°, w której to temperaturze ogrzewano łaźnię jeszcze w ciągu 1 godziny. Następnie rozcieńczono 300 ml wody z dodatkiem 0,5 g hydrosiarczynu i odsączono od siarczynu (III), który nie uległ przegrupowaniu. Przesącz zobojętniono 10% roztworem wodnym wodorotlenku sodowego do pH = 6–6,5. Wydzieliła się krystaliczna sól sodowa (IV), którą odsączono. W toku operacji dodawano małe ilości hydrosiarczynu dla zabezpieczenia produktu przed utlenianiem. Odsączony 2-amino-4-izopropyl-5-hydroksytoluen o zabarwieniu białawym suszono w temperaturze 40–50° w atmosferze gazu obojętnego. Następnie otrzymany preparat suszono 24 godz. w eksykatorze próżniowym, rozdrobniono i wysuszono w temperaturze 60–70°. Otrzymano szarawą substancję w ilości 26 g (26% wydajności). Produkt nie topił się do 300°, był rozpuszczalny w kwasie solnym i 30% siarkowym. W ługach macierzystych zebrało się 50 g oleju, zawierającego ok. 16% nieprzereagowanego 2-hydroksyloamino-p-cymenu i 13% aminy aromatycznej o przypuszczalnym wzorze $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_3\text{CH}(\text{CH}_3)_2\text{NH}_2$. Część p-aminofenolu (IV) uległa widocznie przemianom na odpowiedni chinon, gdyż przesącz posiadał barwę od zielonej do fioletowej i ciemnobrunatnej.

Tymol (3-metylo-6-izopropylfenol)

W 1 litrowej kolbie czteroszyjnej z mieszadłem, chłodnicą zwrotną, termometrem i wkraplaczem umieszczono 42,5 g (0,25 mola) pochodnej sodowej aminofenolu (IV) rozpuszczonego uprzednio w 40 ml kwasu siarkowego (0,75 mola). Dolało 120 ml wody (w razie wytrącenia się brunatnych smolek należy je odsączyć).

Następnie dolano 42 ml (33,5 g) etanolu 95% tj. 0,75 mola i wsypano 2,5 g sproszkowanego tlenku miedziawego jako katalizatora reakcji. Do cieczy reakcyjnej dodawano stopniowo przy użyciu wkraplacza roztwór 18 g NaNO_2 (0,25 mola) w 70 ml wody po uprzednim podgrzaniu mieszaniny do 80–85°C. Podczas wkraplania roztworu azotynu, które trwało ok. 40 min., ciecz wrzała równomiernie pieniąc się nieznacznie. Odczyn cieczy był do końca silnie kwaśny. Unikać należy dodawania nadmiaru azotynu, który może powodować tworzenie się nitrozotymolu lub tymolochroiny (24, 25, 26).

Następnie oddestylowano powoli alkohol. Eter powstały (VI) jako produkt uboczny przechodził częściowo wraz z etanolem. Po oddestylowaniu etanolu pozostałość poddano destylacji z parą wodną, oziębiając odbieralnik. Wytrąciły się białe kryształy, które suszono na bibule. Temperatura topnienia 49–51°C. Wydajność 11,4 g (16,6%). Temperatura topnienia mieszaniny otrzymanego produktu z substancją wzorcową nie wykazała obniżenia temperatury topnienia.

Otrzymany produkt odpowiadał wymaganiom Farmakopei Polskiej II (27).

Praca niniejsza wskazuje na to, że można otrzymać tymol z niewykorzystanego dotychczas surowca, tj. z p-cymenu.

Wszystkie użyte do reakcji surowce wytwarzane są w kraju i są łatwo dostępne.

Interesujące i pożyteczne dla przemysłu byłoby dalsze opracowanie ostatnich dwóch stadiów reakcji (reakcje przegrupowania i usunięcia grupy aminowej) w celu podwyższenia wydajności tymolu.

Otrzymano 10.VII.54.

Literatura

- Supniewski J., „Farmakologia” Kraków 1947
- Ang. Pat. 214866 (1923); Ang. Pat. 293753 (1928)
" " 298600 (1928); " " 308681 (1928)
" " 309031 (1928); " " 312907 (1929)
D. R. P. 432802 (1924)
- Ang. Pat. 276010; 280924; 279857 (1926)
- D. R. P. 413727 (1923); D. R. P. 453428 (1923)
- USA Pat. 1449121 (1920)
- D. R. P. 125097 (1900)
- D. R. P. 416016 (1923)
- D. R. P. 448950 (1927)
- Szumow G., *Ż. fiz. Chim.*, (1887), 118
- Söderbaum H., Widman O., *Ber.* **21**, 2126 (1888)
- Gerichten E., *Ber.* **10**, 1251 (1877)
- Andrews C., *Ind. Eng. Chem.* **10**, 453 (1918)
- Bamberger E., *Ber.* **27**, 1552 (1894)
- Bamberger E., Rising A., *Ann.* **316**, 289 (1901)
- Bamberger E., Leyden P., *Ber.* **33**, 12 (1900)
- Bamberger E., Frei J., *Ber.* **40**, 1944 (1907)
- Lumière L., Seyewetz A., *Bull. Soc. chim. Fr.*, (3) **11**, 1042
- Wohl A., *D. R. P.* 84433
- Bamberger E., Lagutt J., *Ber.* **31**, 1501 (1898)
- Bamberger E., *Ber.* **33**, 3605 (1900)
- Worożow N., „Osnovy sintieza promiežutocznych produktow i krasitielej, Moskwa 1950
- Hodgson H., Kershaw A., *J. Chem. Soc.* **1930**, 2785
- Saunders K. H., „The Aromatic Diazo-Compounds and Their Technical Applications, London 1936
- Schiff R., *Ber.* **8**, 1500 (1875); Klages A., *Ber.* **32**, 1518 (1899)
- Liebermann C., *Ber.* **7**, 1100 (1874)
- Decker H., Sołonina B., *Ber.* **35**, 3225 (1902); **36**, 2893 (1903)
- Pharmacopoeia Polonica II, 855 (1937)
- Smirnow A., *Przegl. Papierniczy* **9**, 44 (1953)
- Saritt S., Othmer D., *Ind. Eng. Chem.* **44**, 2428 (1952)

Efedryna

Cz. Bełżecki i J. Lange

Instytut Farmaceutyczny

547.564.4

Omówiono szczegółowo metody otrzymywania syntetycznej racemicznej efedryny. Podkreślono przydatność poszczególnych z nich do praktycznego zastosowania. Opisano metodę technologiczną opracowaną w Instytucie Farmaceutycznym, która jest podstawą do uruchomienia przemysłowej produkcji tego leku.

Подробно рассмотрены методы получения синтетического рацемического эфедрина и подчеркнута применимость некоторых из них в практике. Описан, разработанный Фармацевтическим Институтом, технологический метод, на котором можно базировать промышленную продукцию этого лечебного средства.

Methods of synthesizing racemic ephedrine have been discussed in detail. The possibility of practical application of some of these methods has been underlined. A technical method worked out at Pharmaceutical Institute, on which the industrial production of ephedrine can be based, has been discussed.

1. Występowanie efedryny w przyrodzie

Efedryna jest alkaloidem występującym w przyrodzie w postaci odmiany lewoskrętnej — jako l-efedryna — w szeregu roślin gatunku Ephedra.

Rośliny te są dość pospolite w Azji, w Ameryce Północnej oraz Południowej. Właściwą jednak ojczyzną efedryny są bez wątpienia Chiny, gdzie już przeszło 3000 lat p. n. e. poznano działanie tego alkaloidu wydobywanego z roślin o chińskiej nazwie Ma-huang.

Obok l-efedryny w roślinach rodzaju Ephedra występują również inne alkaloidy o budowie zbliżonej, przede wszystkim d-ψ-efedryna, której zawartość w niektórych gatunkach roślin przewyższa zawartość efedryny. Oba te podstawowe alkaloidy efedrynowe zostały wyodrębnione w r. 1887 przez Nagai (1) z Ephedra sinica. Znacznie później, bo dopiero w 1928 r. Nagai i Kanao (2) wyodrębnili z tego samego surowca dwa dalsze alkaloidy efedrynowe, a mianowicie nor-d-ψ-efedrynę i d-ψ-metylo-efedrynę.

2. Budowa i własności chemiczne efedryny i ψ-efedryny

Wyodrębnienie efedryny z surowca naturalnego skłoniło wielu chemików do podjęcia prac nad ustalaniem budowy tego alkaloidu i nad potwierdzeniem wniosków strukturalnych na drodze całkowitej syntezy.

Już pierwsze badania, przeprowadzone w celu ustalenia budowy naturalnej l-efedryny przez Millera (4) wykazały, że jest to aminoalkohol zawierający drugorzędową funkcję aminową. Dalsze prace w tym kierunku, prowadzone przez Emdego (5), Schmidta (6) i Gadamera (7) starały się rozstrzygnąć zagadnienie, przy którym atomie w trójwęglowym łańcuchu bocznym efedryny znajduje się grupa hydroksylowa, przy którym zaś metyloaminowa. Problem ten rozwiązał dopiero Emde (8) w r. 1910 ustalając następujący wzór strukturalny efedryny



na podstawie rozpadu pod wpływem ogrzewania chlorowodoru efedryny na chlorowoderek metyloaminy i propiofenon. Potwierdzeniem wzoru, jaki podał Emde, była praca Rabego (9); podał on ponadto budowę izoefedryny, w której występują w efedrynie grupy funkcyjne związane są z przeciwnymi atomami węgla.

Równolegle z pracami nad strukturą efedryny, przedmiotem zainteresowania wielu autorów było zagadnienie budowy ψ-efedryny (nazywanej niesłusznie izoefedryną w pierwszych pracach Nagai). Zasada ta otrzymana wraz z efedryną z Ephedra sinica przez Nagai (1) w r. 1887 została w kilka lat później otrzymana przez tegoż autora sztucznie przez ogrzewanie l-efedryny z dużym nadmiarem rozcieńczonego kwasu solnego. Przez długi czas nie zdawano sobie sprawy z identyczno-

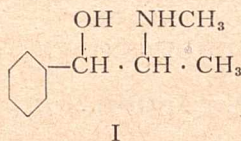
ści otrzymanej w powyższy sposób zasady z naturalną d-ψ-efedryną; stwierdził to dopiero Flaecher (10) w r. 1904.

Dalsze prace nad konwersją efedryny do ψ-efedryny podają nieco odmienne warunki prowadzenia tej reakcji, jak stosowanie stężonego kwasu solnego (Schmidt 11), uprzednie acetylowanie (Calliess 12) względnie stosowanie kwasu siarkowego i azotowego (Schmidt 13). Prace te ustaliły ponadto dwa zasadnicze fakty:

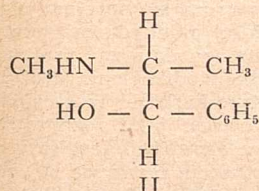
- 1) ustalono równowagowy charakter reakcji konwersji efedryny,
- 2) ustalono równowagowy charakter reakcji konwersji efedryny do ψ-efedryny.

Stwierdzono także, że przez konwersję naturalnej l-efedryny otrzymuje się d-ψ-efedrynę identyczną z alkaloidem naturalnym. Fakt ten sugeruje przypuszczenie, że także w roślinach, zawierających alkaloidy efedrynowe, l-efedryna i d-ψ-efedryna znajdują się w stanie równowagi, przy czym położenie stanu równowagi zależy od szeregu czynników: od gatunku rośliny, pory roku, warunków atmosferycznych itp. Przypuszczenia te znajdują potwierdzenie w obserwacjach, poczynionych przez różnych autorów, zajmujących się badaniem roślin rodzaju Ephedra (3).

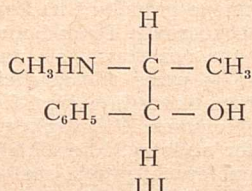
Jak już wspomniano, efedryna pod względem chemicznym jest to aminoalkohol o wzorze



tj. 1-fenyl-2-metyloamino-propanol-1. Jak widać ze wzoru, atomy węgla w łańcuchu bocznym połączone z grupami funkcyjnymi są atomami asymetrycznymi, co stwarza możliwość występowania czterech odmian izomerycznych optycznie czynnych oraz dwóch odmian optycznie nieczynnych, stanowiących odpowiednie racematy, które względem siebie są diastereoizomerami. Jednym z tych racematów jest d,l-efedryna, drugim zaś d,l-ψ-efedryna.



d, l-efedryna



d, l-ψ-efedryna

3. Działanie farmakologiczne i stosowanie efedryny

Efedryna zaliczana jest do grupy środków sympatykomimicznych tj. działających na układ współczulny ustroju.

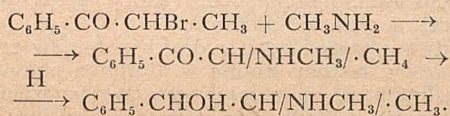
Podawanie efedryny powoduje następujące zasadnicze reakcje ze strony organizmu: przyspieszenie zwolnionej działalności serca, podwyższenie ciśnienia krwi, przeciwdziałanie dychawicy oskrzelowej, obniżenie napięcia mięśni gładkich i in.

Efedryna odznacza się stosunkowo małą toksycznością. Dawki w granicach 0,15–0,4 g nie wywołują poważniejszych zaburzeń w organizmie. (14)

4. Syntetyczne otrzymywanie efedryny

Dokonane w r. 1910 przez Emdego (8) ustalenie budowy efedryny skierowało uwagę wielu chemików na zagadnienie syntetycznego otrzymywania tego związku, co z jednej strony stanowiłoby pełne potwierdzenie przyjętej dla niego budowy, z drugiej zaś — wobec stale wzrastającego zapotrzebowania na ten lek — pozwalałoby na znaczne rozszerzenie jego produkcji i stosowania przy jednoczesnym uniezależnieniu się od przywozu.

Pierwsza wzmianka o syntetycznym otrzymaniu efedryny pochodzi z r. 1911, kiedy to Schmidt (13) otrzymał ją w cyklu reakcji:



Redukcja otrzymanego w pierwszym etapie syntezy aminoketonu została przeprowadzona przez Schmidta przy pomocy amalga-

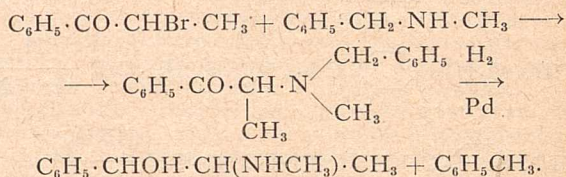
matu sodowego w słabo kwaśnym środowisku. W analogiczny sposób, z nieznacznymi tylko modyfikacjami otrzymali efedrynę Schmidt i Calliess (16). Jednak w obu wymienionych pracach dane fizykochemiczne otrzymanego produktu wskazują niezbicie, że była to racemiczna ψ-efedryna.

Późniejsze badania Eberharda (17) wykazały, że prowadzenie redukcji aminoketonu przy pomocy amalgamatu sodowego daje niemal wyłącznie ψ-efedrynę. Zasadniczą zmianę do omawianej reakcji wniosły cytowane powyżej prace Eberharda, który zastosował po raz pierwszy redukcję aminoketonu wodorem w obecności katalizatora palladowego, otrzymując racemiczną efedrynę.

W kilka lat później metoda ta stała się przedmiotem realizacji przemysłowej w oparciu o szereg patentów zgłoszonych przez firmę Merck (18). Patenty te podawały w ogólnych zarysach bieg procesu opartego na propiofenonie jako surowcu wyjściowym, nie precyzowały jednak dostatecznie warunków prowadzenia najtrudniejszego etapu syntezy — metyloaminowania bromopropiofenonu. Właściwe przeprowadzenie tego etapu wymaga bardzo dokładnego ustalenia parametrów procesu, bowiem nieodpowiednie prowadzenie reakcji powoduje powstawanie całego szeregu produktów poliaminowych, obniżających wydajność tworzenia się pożądanego aminoketonu niemal do zera.

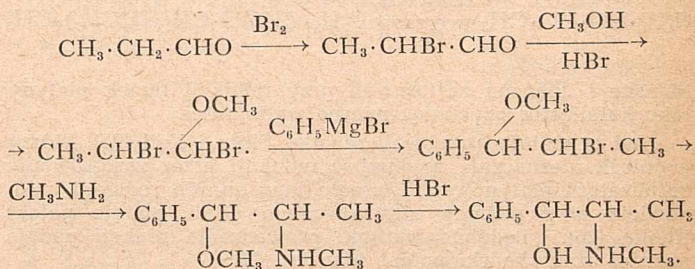
Z tych właśnie względów przez dłuższy czas patenty Mercka uważane były za technicznie niepowtarzalne, jakkolwiek według nich produkowana była znaczna część otrzymywanej w Niemczech efedryny racemicznej.

W celu ominięcia podanych trudności występujących przy metyloaminowaniu bromopropiofenonu, zakłady niemieckie IG Farben zastosowały pewien wariant opisywanej metody, polegający na stosowaniu zamiast metyloaminy metylobenzylaminy, która jako amina drugorzędowa nie dawała z bromoketonem produktów podwójnego podstawienia (19). Stosowany w tym wariantcie cykl reakcji przedstawia się w sposób następujący:



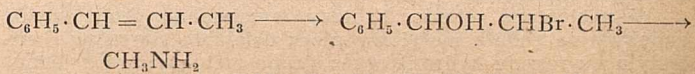
Ciekawym szczegółem tej modyfikacji jest jednoczesne przeprowadzenie redukcji grupy ketonowej i odszczepienie grupy benzylowej pod postacią toluenu. Reakcja ta jest charakterystyczna dla katalizatora palladowego. Analogiczna reakcja stosowana była przez niemiecki przemysł farmaceutyczny przy syntezie dolantyny (estru etylowego kwasu 1-metylo-4-fenyl-4-piperidyno-karboksylowego).

Chronologicznie drugą z kolei syntezę efedryny opracowali Späth i Göhring (20) w r. 1920. Synteza ta przebiegała wg następującego schematu:



Otrzymany w ten sposób produkt był racemiczną ψ-efedryną, którą konwertowano do efedryny przez ogrzewanie z kwasem solnym. Metoda powyższa ma jedynie znaczenie teoretyczne, gdyż ze względu na niską wydajność i trudności manipulacyjne nie została wprowadzona w skali technicznej.

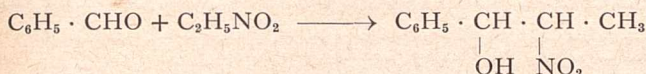
Trzecia metoda syntetycznego otrzymywania racemicznej efedryny opublikowana została przez Fourneau i Puyal (21). Jako surowiec wyjściowy został tu zastosowany 1-fenylpropen-1, który przeprowadzano w odpowiednią bromohydrynę i następnie wymieniano brom na grupę metyloaminową. Schemat reakcji przedstawia się następująco:



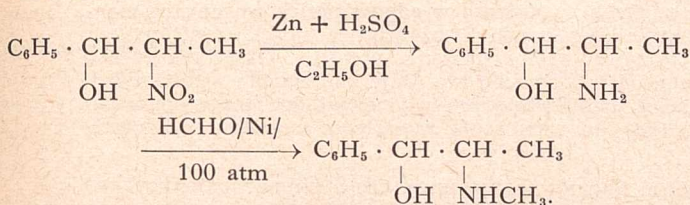
identyczny z produktem wyodrębnianym z surowca naturalnego. Poważną zaletą tej metody jest również prostota operacji i łatwa dostępność surowców.

Metoda ta jednak stwarza podczas produkcji dość duże trudności, przede wszystkim przy redukcji ketolu. Nieuchwycone dotychczas drobne odchylenia od normalnego przebiegu procesu fermentacji powodują, że otrzymany ketol bądź wcale się nie redukuje, bądź też redukuje się z bardzo niskimi wydajnościami. Trudności te jednak i niedociągnięcia nie zmieniają w niczym faktu, że metoda fermentacyjna otrzymywania efedryny jest dzisiaj przedmiotem dużego zainteresowania, przede wszystkim ze względu na jej opłacalność.

W latach powojennych opublikowano kilka dalszych metod otrzymywania syntetycznej efedryny. Ciekawie wygląda metoda Hoovera i Hassa (33) oparta na aldehydzie benzoesowym, który kondensuje się z nitroetanem:

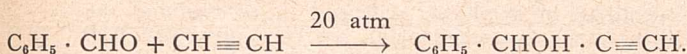


W otrzymanym w ten sposób nitroalkoholu redukuje się grupę nitrową i otrzymuje aminoalkohol, w którym grupę aminową metyluje się formaldehydem:

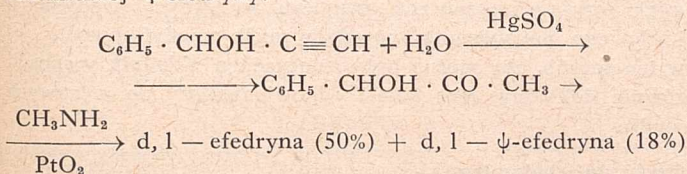


Blizszych danych o praktycznym zastosowaniu tej metody brak.

Jeszcze inna metoda opracowana została przez Murahashi i Hagihara (34). I w tym przypadku surowcem wyjściowym jest aldehyd benzoesowy, który poddaje się pod ciśnieniem działaniu acetylenu otrzymując w ten sposób trójwęglowy łańcuch boczny z funkcją alkoholową i potrójnym wiązaniem:

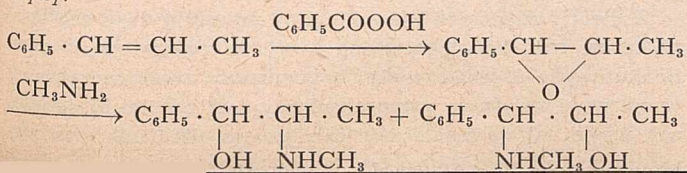


Produkt tej reakcji poddaje się następnie charakterystycznej dla wiązania acetylenowego reakcji uwodnienia w obecności siarczanu rtęci jako katalizatora. W ten sposób otrzymuje się z bardzo dobrą wydajnością ketol, który różni się od ketolu otrzymywanego w metodzie fermentacyjnej tym tylko, że stanowi mieszaninę racemiczną. Ketol ten poddaje się redukcji amonolizie wobec tlenku platyny jako katalizatora otrzymując racemiczną efedrynę obok niewielkich ilości racemicznej ψ -efedryny:



Dobrymi wydajnościami odznacza się opatentowana w Japonii metoda Kawahara, Kato i Sasabe (35), która stanowi daleko idące ulepszenie omówionych powyżej wcześniejszych prac stosujących jako surowiec wyjściowy odpowiedzi dwuketonu. W patencie japońskim mieszaninę metylo-fenilo- α -dwuketonu i chlorowodoru metyloaminy w roztworze alkoholowym redukuje się pod nieznacznym ciśnieniem wobec mieszanego katalizatora platynowo-palladowego. Ogłoszona wydajność tej metody przekracza 75%.

Chronologicznie ostatnią metodę syntezy efedryny racemicznej ogłosili Supniewski i Bany (36). Metoda ta wychodzi w zasadzie z 1-fenilo-propenu-1, który przeprowadza się przez działanie kwasu nadftalowego lub nadbenzoesowego w odpowiednią pochodną epoksy. Pod działaniem metyloaminy wiązanie tlenkowe ulega rozzerwaniu dając efedrynę obok izoefedryny.



Pewną niedogodność tej metody stanowią występujące przy produkcji na większą skalę trudności z rozdzieleniem otrzymanych w reakcji izomerów.

Jak widać z powyższego przeglądu metod otrzymywania efedryny, zagadnienie to jest tematem bardzo wielu prac i znalazło kilka rozwiązań. Z drugiej strony stwierdzić jednak należy, że żadnego z tych rozwiązań nie można uważać za zadowalające z punktu widzenia technologicznego. Wszystkie stosowane dzisiaj metody produkcji efedryny są mało wydajne, albo też skutkiem niedostatecznego opanowania procesu dają nieprzewidziane skoki wydajności. Spośród wszystkich omówionych w niniejszym przeglądzie metod niewątpliwą przewagę ekonomiczną ma metoda fermentacyjna, która jednak nie jest jeszcze dostatecznie dobrze poznana, wskutek czego przebieg procesu niejednokrotnie wykazuje niespodziewane odchylenia od przyjętej normy. Charakterystyczne dla pozostałych czysto syntetycznych metod są przede wszystkim ich wysokie koszty.

Najczęściej stosowana metoda Mercka oparta na metyloaminowaniu bromopropiofenonu wykazuje — jak to już wspomniano wyżej — szereg słabych stron i jest ponadto mało wydajna.

Potrzebę znalezienia dobrej metody syntezy efedryny pogłębia jeszcze fakt zwiększania się zapotrzebowania na ten lek. W tym stanie rzeczy należy uważać, że kwestia przemysłowego opanowania otrzymywania efedryny jest nadal otwarta.

5. Prace Instytutu Farmaceutycznego nad efedryną

W Zakładzie Syntezy I Instytutu Farmaceutycznego opracowano technologiczną metodę otrzymywania chlorowodoru racemicznej efedryny. Wyniki prac przeprowadzonych w Instytucie stanowią treść oddzielnej publikacji (37).

W etapie prac badawczych powtórzono najważniejsze metody syntezy i po uwzględnieniu zarówno możliwości surowcowych jak i całej ekonomicznej strony zagadnienia, oparto się na metodzie Schmidta, Calliessa i Eberharda. Metoda ta, odznaczająca się prostotą i stosunkowo dobrymi wydajnościami, posiada jednak momenty, w których o wyniku decyduje jaknajściślej przestrzeganie parametrów procesu. Dotyczy to w szczególności reakcji bromowania i metyloaminowania, które mogą przebiegać wielokierunkowo. Rozwiązanie technologiczne określa ściśle warunki, w jakich reakcja ta jest powtarzalna.

Proces uwodornienia chlorowodoru aminoketonu do efedryny nie nastręcza większych trudności technologicznych z uwagi na łagodne warunki reakcji. Produkt końcowy, wyodrębniony w postaci chlorowodoru, może być łatwo oczyszczony przez krystalizację z alkoholu propylowego lub butylowego. Proces ten, przebiegający z wydajnością około 85% pierwszego rzutu, może być prowadzony przy zawracaniu ługów pokrystalicznych z minimalnymi stratami, nie przekraczającymi 3–4%.

Otrzymany w Instytucie Farmaceutycznym produkt był badany zgodnie z wymaganiami farmakopei niemieckiej (38) z wynikiem dodatnim.

Otrzymano 13.II.54 r.

Literatura

1. Nagai W., Berl Kl. Woch., (1887) nr 38
2. Nagai W., Kanao S., Ann. **470**, 157 (1929)
3. Lespagnol A., Pharmacie chimique, Paris 1945
4. Miller E. R., Ar. Pharm., **240**, 481 (1902)
5. Emde H., Ar. Pharm., **245**, 662 (1907); **247**, 54 (1909)
6. Schmidt E., Ar. Pharm., **247**, 141 (1909)
7. Gadamer J., Ar. Pharm., **246**, 566 (1908)
8. Emde H., Festschrift den Teiln. der 39. Hauptvers. des D. Apoth. Vereins Braunschweig (1910), 85
9. Rabe P., Ber., **44**, 824 (1911)
10. Flaecher F., Ar. Pharm., **242**, 380 (1904)
11. Schmidt E., Ar. Pharm., **244**, 239 (1906)
12. Calliess W., Apoth. Ztg., **25**, 677 (1910)
13. Schmidt E., Apoth. Ztg., **26**, 368 (1911)
14. Dadlez J., Kubikowski P., Farmakologia i toksykologia leków, Warszawa 1953
15. Neuberg C., Biochem. Z., **128**, 613 (1922)
16. Schmidt E., Calliess W., Ar. Pharm., **250**, 154 (1912)
17. Eberhard A., Ar. Pharm., **253**, 62 (1915); **258**, 97 (1920)
18. Merck, DRP 469782 (1927); DRP 472466 (1927); DRP 495534 (1928)
19. BIOS 766, 86

20. Späth E., Göhring R., Monatshefte **41**, 319 (1920)
21. Fourneau E., Puyal J., An. soc. espan. Fis. Quim., **20**, 394 (1922)
22. Kanao S., J. Pharm. Soc. Japan., **49**, 26 (1929)
23. IGFarbenindustrie, DRP 481436 (1927)
24. Manske R., Johnson T., J. Am. Chem. Soc., **51**, 580 (1929)
25. Skita A., Keil F., Ber. **62**, 1142 (1929)
26. Knoll, Brit. Pat. 336412 (1929)
27. Manske R., USPat. 1799110 (1931)
28. Hoffman — La Roche, DRP 554553 (1929)
29. Knoll, DRP 548459 (1930)

30. IGFarbenindustrie, DRP 587586, (1932), Brit. Pat. 365535 i 365540 (1932); DRP 588880 (1932), Brit Pat. 365541 (1932)
31. Scriabine I., Rhône-Poulenc USPat. 2509309 (1950)
32. BIOS 1404
33. Hoover F., Hass H., J. Org. Chem., **12**, 506 (1947)
34. Murahashi S., Hagihara N., Mem. Inst. Sc. Ind. Res., Osaka Univ., **6**, 96 (1948)
35. Kawahara K., Kato K., Sasabe I., Pat. Jap. 177598 (1949)
36. Supniewski J., Bany T., Przem. Chem. **7(30)**, 287 (1951)
37. Bełżecki C., Lange J., Roczniki Chem. (w druku) (1954)
38. Deutsches Arzneibuch, Berlin 1941

Dział Analityczny

O nowej oksydymetrycznej metodzie oznaczania drobnych ilości magnezu za pomocą oksychinoliny

R. Wojtas

546.46.04:545.22

Katedra Chemii Rolnej WSR w Krakowie

Podano nową metodę oznaczania drobnych ilości magnezu przez wytrącanie w odpowiednich warunkach magnezu za pomocą oksychinoliny, rozpuszczanie osadu w kwasie siarkowym i oznaczanie ilości oksychinoliny na drodze oksydymetrycznej przy użyciu mianowanego roztworu nadmanganianu potasu. Oksydymetryczna metoda pozwala na oznaczenie ilości magnezu w granicach od 0,02 do 5 mg Mg. Daje ona zgodne wyniki z metodą kolorymetryczną oksychinolinową i posiada szereg zalet umożliwiających użycie jej do masowych oznaczeń magnezu w analizie wapieni. Próby zastosowania metody do oznaczania zawartości magnezu w wodach, glebie i roślinach są w toku.

Изложен новый метод определения небольших количеств магния осаждением его в определенных условиях оксихинолином, растворением осадка в серной кислоте и определением количества оксихинолина оксидиметрическим методом при помощи титрованного раствора перманганата калия. По оксидиметрическому методу возможно определить количество магния в пределах от 0,02 до 5 мг. Mg в исследуемой пробе. Получаемые результаты согласуются с результатами полученными по колориметрическому оксихинолиновому методу. Метод отличается рядом преимуществ, которые дают возможность применять его к серийным определениям магния в известняках. Проводятся исследования применения метода к определению магния в воде, почве и в растениях.

A new method of determining small amounts of magnesium, consisting in: precipitating magnesium in appropriate conditions (using oxyquinoline), in dissolving the precipitate in sulphuric acid and in determining the quantity of oxyquinoline oxydimetrically (by titration with potassium permanganate), has been presented. The range of determination using oxydimetric method is 0,02—5 mg Mg. The results obtained are in accordance with those obtained by colorimetric oxyquinoline method. The new method gives many advantages and can be applied in serial determinations of magnesium in limestone analysis. Adaptation of the method for determining magnesium in water, soil and plant remains to be fully studied.

Wstęp

W dotychczasowej literaturze zarówno polskiej jak i obcej nie ma metody analitycznej pozwalającej oznaczyć w sposób dokładny a równocześnie szybki zawartość magnezu w wapieniach, względnie innych materiałach, w których występuje on w ilościach bardzo niewielkich. Wprawdzie T. Miłobędzki (1) podaje sposób oznaczania magnezu w postaci pirofosforanu magnezowego, jednakże metoda ta może się nadawać jedynie do analizy dolomitów zawierających większą ilość węglanu magnezowego.

Wapienie czyste, w których składzie przeważa węglan wapniowy, zawierają ilości magnezu wahające się w granicach od 0,05 do 0,50% MgO i z tego względu jak również dlatego, że metoda pirofosforanowa wymaga długiego czasu, odpowiednich pieców do prażenia i precyzyjnych wag, nie nadaje się ona tutaj do oznaczeń masowych.

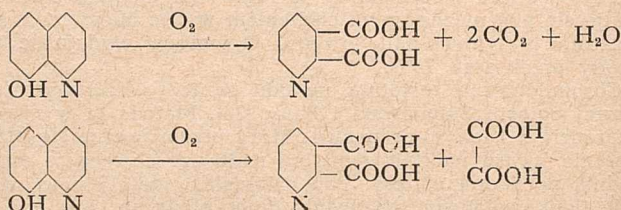
Również zastosowanie metody (2) polegającej na rozpuszczeniu strąconego fosforanu amonowo-magnezowego w zmianowym kwasie i oznaczeniu nadmiaru niezwiązanego kwasu na drodze miareczkowania ługiem następuje duże trudności. Największą z nich jest trudność uchwycenie momentu przejścia czerwonej barwy oranżu metylowego w żółtą, w związku z czym (zwłaszcza przy małych ilościach magnezu) powstają znaczne błędy oznaczenia.

Pozostaje zatem metoda oksychinolinowa (2) pozwalająca na oznaczenie drobnych ilości magnezu sposobem wagowym, miareczkowo lub kolorymetrycznie (3). Spośród tych sposobów szczególnie oznaczenie magnezu na drodze kolorymetrycznej jest godne polecenia z uwagi na dużą czułość i do-

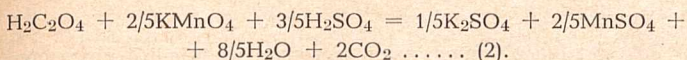
kładność. Stroną ujemną tej metody jest jedynie potrzeba użycia dość kosztownych odczynników, jak kwasu octowego i alkoholu, co przy oznaczeniach masowych może być nieekonomiczne. Toteż w czasie przeprowadzania tą metodą licznych seryjnych oznaczeń magnezu w różnych wapieniach krajowego pochodzenia, powstała myśl zmodyfikowania jej w ten sposób, aby można było oznaczać ten składnik w sposób równie dokładny, lecz tani i odpowiedniejszy do masowych analiz.

Część doświadczalna

Nowa metoda oznaczania małych ilości magnezu oparta została na utleniającym działaniu nadmanganianu potasu, który w środowisku kwaśnym przeprowadza oksychinolinę w kwas chinolinowy wg schematu:



Z dwóch cząsteczek oksychinoliny powstają dwie cząsteczki kwasu chinolinowego, jedna kwasu szczawiowego, 2 dwutlenku węgla i jedna wody. Wytworzony kwas szczawiowy w odczynie kwaśnym przeprowadzany jest z kolei w dwutlenek węgla, tak że ostatecznie cały proces utleniania przedstawiać można za pomocą następujących dwóch równań:



Jak wynika z równania (1) na utlenienie 2 gramocząsteczek oksychinoliny (tj. $2 \times 145,218$ g) zużywane jest 6 gramocząsteczek nadmanganianu potasu tj. $6 \times 158,03$ g), do utlenienia zaś jednej gramocząsteczki kwasu szczawiowego (równanie 2) 2/5 gramocząsteczek nadmanganianu potasu, czyli razem podczas reakcji zużywa się 6,4 gramocząsteczek nadmanganianu potasu (tj. $6,4 \times 158,03$ g).

W przeliczeniu na ml otrzymamy zatem na każdy miligram oksychinoliny 1,101 ml 0,1 n KMnO_4 .

Celem sprawdzenia o ile rozważania teoretyczne zgodne są z danymi analitycznymi przeprowadzono podane niżej badania.

I. Do doświadczenia użyto 8-oksychinoliny p. a. oraz 0,1 n roztwór nadmanganianu potasu dokładnie zmianowany na kryształiczny kwas szczawiowy (Merck p. a.) odważoną ilość oksychinoliny rozpuszczano w kolbie miarowej w normalnym kwasie octowym i pobierano różne ilości roztworu, miareczkując je 0,1 n nadmanganianem potasu. Wyniki analizy podaje tabela 1.

Tabela 1

mg oksychinoliny	ml n/lo KMnO_4		Różnica w ml	%
	obliczone	otrzymane		
1,00	1,101	1,10	- 0,001	- 0,09
2,00	2,202	2,20	- 0,002	- 0,09
5,00	5,505	5,52	+ 0,015	+ 0,27
10,00	11,010	10,98	- 0,030	- 0,27
15,00	16,515	16,65	+ 0,045	+ 0,27

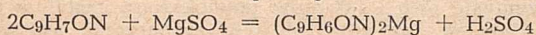
II. Oznaczenie magnezu za pomocą nowej metody przeprowadzono najpierw na preparacie ($\text{Merck-MgSO}_4 + 7\text{H}_2\text{O}$ puris). 2,5338 g siarczanu magnezu rozpuszczono w kolbie miarowej na 250 ml w wodzie destylowanej. Do oznaczenia pobierano różne ilości roztworu zadając je niewielkim nadmiarem oksychinoliny (2,5% roztwór w 1 n kwasie octowym). Strącony osad zatrzymany na sączku ilościowym przemycano wodą destylowaną z dodatkiem amoniaku, następnie rozpuszczano w kwasie siarkowym (1:10) i przesącz miareczkowano na gorąco 0,1 n nadmanganianem potasu.

Wyniki podano w tabeli 2.

Tabela 2

Ilość mg Mg w próbce wziętej do analizy	Ilość mg Mg znaleź. nową metodą	Różnica w mg	% błędów
0,500	0,499	- 0,001	- 0,20
1,000	1,003	+ 0,003	+ 0,30
2,000	2,005	+ 0,005	+ 0,25
5,000	4,983	- 0,017	- 0,34
10,000	10,045	+ 0,045	+ 0,45
15,000	14,934	- 0,066	- 0,40
20,000	20,092	+ 0,092	+ 0,46

Współczynnik dla obliczenia magnezu znaleziono na podstawie równania stechiometrycznego:



Z obliczenia wynika, że 1 mg oksychinoliny wiąże 0,0843 mg magnezu. Ponieważ 1 ml 0,1 n KMnO_4 utlenia 0,9082 mg oksychinoliny, przeto 1 ml 0,1 n KMnO_4 odpowiada 0,07656 mg Mg (0,1269 mg MgO).

Celem sprawdzenia o ile nowa metoda może być przydatna do oznaczania bardzo małych ilości magnezu, mniej-

szych od 0,5 mg, przeprowadzono dodatkowo pomiary dla roztworów silnie rozcieńczonych, których wyniki zebrane są w tabeli 3.

Tabela 3

Ilość mg Mg w próbce wziętej do analizy	Ilość mg Mg znaleź. nową metodą	Różnica w mg	% błędu
0,01	— *)		
0,020	0,021	+ 0,001	+ 5
0,040	0,038	- 0,002	- 5
0,100	0,104	+ 0,004	+ 4
0,300	0,294	- 0,006	- 2

Nowa metoda oksydymetryczna okazała się przydatna do oznaczania drobnych ilości magnezu. Największa była dokładność metody (błąd do 0,5%) przy ilościach magnezu od 0,5 do 20 mg w badanej objętości roztworu. Większe ilości niż 20 mg magnezu dawały błąd większy od 0,5%. Dolną granicą metody jest zawartość 0,5 mg magnezu w badanej próbce. Ilości magnezu mniejsze od 0,5 mg oznaczać można już z większym błędem doświadczalnym, dochodzącym do 5% przy 0,02 mg magnezu.

Oznaczanie magnezu w wapieniach

Celem sprawdzenia w jakim stopniu nowa metoda może znaleźć zastosowanie do oznaczania magnezu w wapieniach różnego pochodzenia oraz o ile pozostaje ona w zgodzie z metodą kolorymetryczną oznaczania magnezu (3), przeprowadzono 776 analiz wapieni, z których część zamieszczono w tabeli 4.

Tabela 4

Analiza wapieni							
Nr. pr.	met. kolorym. % MgO	met. oksydym. % MgO	Różnica %	Nr. pr.	met. kolor. % MgO	met. oksyd. % MgO	Różnica %
22	0,593	0,599	+ 0,006	135	0,483	0,485	+ 0,002
23	0,569	0,527	- 0,042	141	0,545	0,546	+ 0,001
100	0,545	0,553	+ 0,008	142	0,569	0,563	- 0,006
101	0,593	0,549	- 0,044	143	0,389	0,385	- 0,004
102	0,510	0,508	- 0,002	103	0,603	0,600	- 0,003
112	0,389	0,387	- 0,002	104	0,586	0,591	+ 0,005
159	0,552	0,548	- 0,004	105	0,655	0,617	- 0,038
168	0,407	0,406	- 0,001	106	0,586	0,552	- 0,034
169	0,345	0,378	+ 0,033	155	0,448	0,444	- 0,004
146	0,507	0,507	0,000	156	0,407	0,406	- 0,001
147	0,517	0,476	- 0,041	157	0,586	0,575	- 0,011
148	0,367	0,345	- 0,022	158	0,467	0,451	- 0,016
149	0,483	0,478	- 0,005	153	0,517	0,508	- 0,009
594	0,238	0,240	+ 0,002	565	0,197	0,200	+ 0,003
568	1,869	1,870	+ 0,001				

Postępowano przy tym w sposób następujący:

Z przesączu po oddzieleniu złoza (5 g wapienia rozpuszcza się w kwasie solnym 1:3 i dopełnia do 500 ml) pobiera się 50 ml i strąca żelazo i wapń. Przesącz po oddzieleniu wapnia zbiera się w kolbie miarowej na 250 ml, dopełnia wodą destylowaną do znaku i pobiera się próbkę 50 ml, do której dodaje się w niedużym nadmiarze (w podanych warunkach 1 ml) 2,5% roztworu oksychinoliny w normalnym kwasie octowym, 15 ml 10% Na_2CO_3 i podgrzewa ostrożnie do temp. 75 — 80°C. Po wytrąceniu się osadu roztwór powinien mieć zabarwienie lekko żółte. Roztwór bezbarwy świadczy o niewystarczającej ilości oksychinoliny.

Strącony osad barwy żółtozielonej odsącza się po ochłodzeniu przez sączek ilościowy lub tygielek szklany Schotta

*) Z powodu zbyt małych ilości magnezu osad się nie wytrącił.

i przemysła wodą destylowaną z dodatkiem amoniaku (na 1 l wody destylowanej 1 ml stężonego amoniaku). Przemysł osad rozpuszcza się w kwasie siarkowym (1:10), dopełnia wodą destylowaną do objętości 100 ml i miareczkuje na gorąco 0,1 n KMnO_4 .

Ilość ml zużytego nadmanganianu potasu pomnożona przez 0,07656 daje ilość mg magnezu.

Przy dobrej wprawie można zakończyć miareczkowanie nadmanganianem potasu doprowadzając roztwór do lekko różowej barwy, nie znikającej w ciągu pół minuty. Celem dokładnego i wyraźnego uchwycenia końca reakcji poleca się stosowanie nadmiaru KMnO_4 (0,5 do 1 ml) i jego odmiareczkowanie 0,1 n kwasem szczawiowym.

Przy ilościach magnezu w próbce większych od 5 mg należy użyć 0,5 lub 1 n KMnO_4 i kwasu szczawiowego, a przy ilościach mniejszych od 0,04 mg Mg trzeba stosować powyższe roztwory w rozcieńczeniu 0,01 n. W wypadku małych ilości żelaza i glinu nie strąca się ich uprzednio, lecz osad na sączku przemysła się chloroformem,*) następnie małą ilością alkoholu etylowego i dokładnie wodą, gdyż resztki pozostałego chloroformu lub alkoholu mogą wpłynąć na podwyższenie wyników.

Dla upewnienia się, czy dodano wystarczającą ilość oksychinoliny do strącenia całej ilości magnezu, do przesączu dodaje się parę kropli roztworu Fe^{+++} . Roztwór powinien zabarwić się na ciemno, co jest dowodem nadmiaru oksychinoliny.

Roztwór zalkalizowany węglanem sodu powinien mieć odczyn powyżej pH = 9. Przy strącaniu magnezu należy unikać zbyt dużego nadmiaru oksychinoliny, gdyż w środowisku zasadowym może się wytrącić osad oksychinoliny nie związanej z magnezem.

Strącona sól magnezowa oksychinoliny jest osadem grubym, dlatego też można odsącać go przez miękkie sączki ilościowe.

Jak wynika z danych zamieszczonych w tabeli 4 nowa metoda daje na ogół wyniki bardzo zgodne z metodą kolorymetryczną oznaczania magnezu. W porównaniu z tą ostatnią jest metodą tanią, równie dokładną i szybką; nadaje się przede wszystkim do oznaczeń małych ilości magnezu w granicach od 0,02 do 5 mg. Czas wykonania jednego oznaczenia wynosi do 30 minut. Oksydymetryczna metoda pozwala poza tym na oznaczanie magnezu w obecności innych pierwiastków (Fe, Al), które wymywa się z osadu chloroformem.

Metoda powyższa może oddać duże usługi laboratoriom technicznym przeprowadzającym masowe analizy wapni i cyny i dolomitów. Badania nad możliwością użycia jej w analizie wód, gleby i roślin są w toku.

Praca niniejsza wykonana została przy Katedrze Chemii Rolnej Wyższej Szkoły Rolniczej w Krakowie.

Kierownikowi Katedry prof. dr. Tadeuszowi Lityńskiemu składam serdeczne podziękowanie za okazywaną mi pomoc i wskazówki.

Otrzymano 26.I.54

Literatura

1. T. Miłobędzki, Szkoła analizy wagowej i miareczkowej, Warszawa 1947.
2. M. Struszyński, Analiza ilościowa i techniczna, Warszawa 1952
3. R. Bittel, Annal. L'inst. National Rech. Agronom. Serie A, (1951), 144

plastycznych, barwników, surowców dla jedwabiu sztucznego i przemysł tworzyw syntetycznych, które mogą zastąpić metale nieżelazne.

Pracownicy przemysłu chemicznego przekroczyli plan w r. 1951 i 1952, a plan r. 1953 został wykonany w 102%.

Jednak w związku z postanowieniem 5 Sesji Rady Najwyższej ZSRR i wrześniowego Plenum CK KPZR takie tempo rozwoju przemysłu chemicznego okazało się jeszcze niewystarczające. Obrazuje to w sposób jaskrawy przemysł nawozów sztucznych.

W roku 1953 otrzymało rolnictwo powyżej 6 mln ton nawozów sztucznych, w roku 1959 ma ono otrzymać 16,5 — 17,5 mln. t, w roku 1964 — 28—30 mln t. Oznacza to, że średnio w okresie lat 1954 — 1963 na każde 2 lata przypada wybudowanie i uruchomienie zakładów przemysłowych o mocy produkcyjnej wszystkich fabryk powstałych w czasie wszystkich pięciolatek przedwojennych. Zaznaczyć przy tym należy, że taki poziom rozwoju przemysłu nawozów sztucznych pokryje jedynie potrzeby zasiewów bawełny, buraka cukrowego, herbaty. Duża znaczenie dla wzrostu urodzajów ma niewątpliwie rozwój produkcji środków ochrony roślin w związku z walką ze szkodnikami i chorobami roślin.

W ciągu ostatnich lat opracowano i zbadano praktycznie nowe rodzaje organicznych preparatów dla walki ze szkodnikami i chorobami roślin, jak DDT, heksachloran, granozan itd. Wg planu r. 1953 był przewidziany 3-krotny wzrost w stosunku do r. 1950 produkcji tych środków, w tym DDT — 5-krotny, heksachloranu — 2,7-krotny, granozanu — 1,7-krotny. W ciągu najbliższych 2—3 lat przemysł chemiczny winien powiększyć produkcję tych środków dwukrotnie, opanować produkcję nowych środków w tym organicznych związków fosforu.

W przemyśle farb i lakierów powiększony został w ciągu ostatnich lat jak już powyżej było zaznaczone, asortyment i podniosła się jakość produkowanych barwników. W r. 1953 produkcja barwników wynosiła wg planu 147% w stosunku do poziomu przedwojennego i 126% w stosunku do r. 1950. Przemysł chemiczny nie zaspakaja jednak jeszcze pod tym względem potrzeb przemysłu lekkiego. Asortyment barwników jest jeszcze zbyt mały. Brak jest np. barwników azowych, kadziowych szczególnie w proszkach, alizarynowych,

Ze świata

O NAJBARDZIEJ WAŻNYCH ZADANIACH PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO ZSRR

N. N. Awerjanow, *Ż. prikl. Chim.* XXVII, 469 (1954)

Powstały w Związku Radzieckim ogromny i technicznie doskonały przemysł ciężki jest podstawą gospodarki socjalistycznej. Na bazie przemysłu ciężkiego nastąpił pomyślny rozwój wszystkich przemysłów, rolnictwa i transportu.

Wraz z całym przemysłem rozwijał się również bardzo wydawnie przemysł chemiczny i jeszcze w latach przedwojennych nastąpił rozwój wszystkich jego gałęzi. Realizowane były postulaty XVIII Zjazdu Partii Komunistycznej o stworzeniu z przemysłu chemicznego czołowego przemysłu, który w zupełności zabezpieczy potrzeby gospodarki narodowej i obrony państwa.

W okresie powojennym tempo rozwoju przemysłu chemicznego wciąż wzrasta. W ciągu czwartej pięciolatki produkcja przemysłu chemicznego wynosiła 180%, w stosunku do roku 1940, przy czym szczególnie szybki był wzrost produkcji środków nawozowych (azotowe — 220%, potasowe — 140%, fosforowe — 190%) w stosunku do roku 1940.

Rozszerzona została produkcja syntetycznego kauczuku i mas plastycznych, włókien sztucznych, farb i lakierów, farmaceutyków itd.

Plan przemysłu farb i lakierów w ciągu czwartej pięciolatki został przekroczony.

W r. 1950 wytworzono 320 gatunków barwników, w roku 1940 jedynie 186, przy czym wzrosła produkcja barwników wysokogatunkowych i została opanowana produkcja wielobarwnej błony kinematograficznej.

Piąta pięciolatka przewiduje rozwój przemysłu nawozów sztucznych, sody, syntetycznego kauczuku, przy czym szczególny nacisk kładzie się na wykorzystanie w tym wypadku gazów nafty. Znacznie zwiększa się także produkcja amoniaku, kwasu siarkowego, kauczuku syntetycznego, syntetycznego alkoholu, sody, nawozów sztucznych, insektycydów i nawozów granulowanych. Rozszerza się także produkcja mas

*) Chloroform jest mieszaniną chloroformu, alkoholu etylo-

Niedostatecznie zaopatrywany jest przez przemysł chemiczny przemysł radiotechniczny i elektrotechniczny, np. w tłoczywa różnokolorowe. Potrzebne są produkty chemiczne do wykończenia aparatów radiowych i telewizyjnych. To samo można powiedzieć o przemyśle mas plastycznych, tworzyw sztucznych i farmaceutycznym.

W wykonaniu tych zadań ogromna rola przypada uczynom radzieckim. Laboratoria naukowe przy instytutach, wyższych zakładach naukowych i zakładach przemysłowych powinny w szybkim czasie dać wyczerpujące odpowiedzi na potrzeby przemysłu, podjąć twórczą inicjatywę i aktywność w opracowaniu nowych i doskonaleniu już istniejących procesów technologicznych. Zadaniem najważniejszym jest opracowanie metod otrzymywania nowych produktów i preparatów chemicznych dla rolnictwa i przemysłu.

Automatyzacja i mechanizacja pracochłonnych procesów produkcyjnych jest szczególnie ważna dla przemysłu chemicznego, gdzie ich realizacja da wyższą wydajność maszyn i urządzeń, wyższą jakość produkcji i podniesie warunki pracy.

Niemniej ważne jest przyswojenie przez przemysł nowych metod badawczych, które dotychczas rozwijały się jedynie w laboratoriach instytutów badawczych, i nowych metod kontroli produkcji.

Realizacja tych nowych zadań wymaga wzrostu kadr pracowników chemicznych zarówno pod względem jakościowym, jak ilościowym. Wyższe zakłady naukowe winny zwrócić specjalną uwagę na przygotowanie inżynierów dla tych dziedzin przemysłu chemicznego, które mają bezpośrednie znaczenie dla wzrostu produkcji towarów spożycia narodowego i w ten sposób dopomogą realizacji zadań postawionych przez partię i rząd.

OTRZYMYWANIE KLEJÓW Z ŻYWIC MELAMINO-FORMALDEHYDOWYCH

R. Z. Temkina, *Ž. prikl. Chim.*, 27, 97 (1954).

Opisana praca miała na celu zbadanie warunków kondensacji melaminy z formaldehydem w celu otrzymania odpornych na wodę klejów do drewna. Chodziło o otrzymanie kleju w postaci jednorodnego roztworu koloidalnego dostatecznie lepkiego, aby gwarantował równomierne rozprowadzenie po sklejonej powierzchni bez przenikania w głąb drewna. Klej ten powinien posiadać dostateczną trwałość pozwalającą na stosowanie go w ciągu określonego czasu bez obawy przedwczesnego przechodzenia w żel i powinien dawać wysoką wytrzymałość spoin. Badano wpływ na przebieg reakcji kondensacji melaminy z formaldehydem: 1) stosunku molowego reagentów, 2) pH środowiska, 3) temperatury reakcji, 4) czasu trwania reakcji. Okazało się, że optymalny stosunek melaminy do formaldehydu wynosi 1:3,5, pH mieszaniny wyjściowej powinno wynosić 6, temperatura reakcji — 80°, a czas jej trwania od 50 do 60 minut. Przeprowadzono 6 doświad-

czalnych kondensacji melaminy z formaldehydem (w postaci formaliny o stężeniu 40%) zmieniając czas reakcji od 5 minut do 1,5 godziny. Stężenie formaliny odgrywa zasadniczą rolę w reakcji kondensacji. Ze wzrostem czasu trwania reakcji zwiększa się ilość związanego formaldehydu i wzrasta lepkość otrzymanego produktu kondensacji. Przy pracy z 40% roztworem formaliny pierwotna wartość pH = 6 wzrasta w procesie kondensacji do 7 i dalej się już nie podnosi, nawet przy przedłużeniu reakcji do 1,5 godziny. Próby laboratoryjne wykazały również, że utrzymanie żywicy w stanie odpowiednim do użytkowania w ciągu określonego czasu zależy w znacznym stopniu od pH gotowego produktu. Środowisko kwaśne (pH = 6 — 6,5) wywoływało tak gwałtowny wzrost lepkości, że żywica natychmiast przechodziła w żel. Środowisko alkaliczne (pH = 7,5 — 8) sprzyjało przechodzeniu produktu w masę o konsystencji pasty. Najtrwalsze okazały się żywice obojętne o pH = 7. Otrzymane w optymalnych warunkach kleje melamino-formaldehydowe stanowią nadzwyczaj lepką i jednorodną masę, nieprzezroczystą o mleczno-białym zabarwieniu. Nadają się one do stosowania w ciągu 7—10 dni. Przy dłuższym pozostawianiu w otwartych naczyniach w temperaturze pokojowej lepkość masy wzrasta znacznie. Otrzymane żywice nie były rozpuszczalne w wodzie, lecz osadzały się pod jej wpływem w postaci białych kłaczków. Były również nierozpuszczalne w alkoholu. Częściowo rozpuszczały się w 1 n roztworze NaOH, a rozpuszczały się kompletnie w 40% NaOH. Roztwór 1 n H₂SO₄ i 5% roztwór CH₃COOH działały na te żywice koagulująco. W kwasie mlekowym otrzymane żywice rozpuszczały się i następnie twardniały.

OTRZYMYWANIE BUTADIENU Z ALKOHOLU ETYLOWEGO

I. R. László, B. Falkay, L. Hegyessy

Mag. Kémiai Folyóirat, 60, 65 (1954)

Badano wpływ różnych katalizatorów na proces otrzymywania butadienu z alkoholu etylowego. W obecności katalizatorów zawierających Al₂O₃ i ZnO powstają duże ilości gazów zawierające etylen i wodór i otrzymuje się niewielkie stężenie butadienu podczas, gdy znaczna część surowca względnie produktów ulega krakowaniu. Dobre wyniki dają katalizatory zawierające SiO₂ i MgO. Optymalny skład wagowy katalizatorów określono przez systematyczne zmienianie stosunku tych dwóch składników. Stwierdzono, że optymalny stosunek składników nie jest niezależny od aktywności żelu krzemowego zastosowanego do otrzymywania katalizatora. Wydaje się, że użycie niewielkiej ilości żelu Cr₂O₃ jako promotora wpływa korzystnie nie na reakcję odwodorniania, lecz na reakcję odwodnienia. Przy optymalnym stosunku składników katalizatora: 76% MgO, 11% SiO₂, 11% kwaśnego krzemianu glinowego i 2% Cr₂O₃ i przy optymalnej temperaturze 435°C oraz optymalnej szybkości przestrzennej 0,3—0,4 l alkoholu na litr katalizatora na godzinę osiągnięto w ciągu 8 godzin przeciętnie 48—50% konwersję i 65—66% wydajności butadienu.

Kronika

W SPRAWIE WALKI O OBNIŻKĘ KOSZTÓW WŁASNYCH W PRZEMYŚLE CHEMICZNYM

W związku z uchwałami II Zjazdu Partii należy płace robotników, pracowników umysłowych i również dochody chłopów pracujących w okresie najbliższych 2 lat podnieść od 15 do 20%.

Podstawowym warunkiem realizacji tych uchwał II Zjazdu jest osiągnięcie w latach 1954—1955 obniżki kosztów własnych produkcji w przemyśle i budownictwie o 7% oraz pełne wykonanie jakościowych i finansowo-ekonomicznych wskaźników produkcji. Przemysł chemiczny bierze w tym zadaniu poważny udział.

W roku ubiegłym przemysł chemiczny nie wykonał jednak w pełni planowych zadań obniżania kosztów własnych (1,7% zamiast 4,4%). Wyniki roku bieżącego zwiastują za I kwartał br. na odcinku kosztów własnych zasygnalizowały nie tylko brak poprawy, lecz — co gorsza — koszt produkcji szeregu podstawowych wyrobów, jak soda, azotniak, włókna cięte i kwas siarkowy, kształtuje się na poziomie wyższym od osiągniętego w zeszłym roku.

Celem wykonania przypadających mu zadań finansowo-ekonomicznych musiał przemysł chemiczny dokonać przełomu na odcinku ekonomiki swojej produkcji. Związane to było

przede wszystkim z równym traktowaniem w każdym zakładzie zagadnienia kosztów własnych z zagadnieniami wykonywania planów produkcyjnych i również oszczędności w stosunku do każdej jednostki budżetowej.

W maju br. odbyło się rozszerzone kolegium Ministerstwa przy udziale dyrektorów, naczelnich inżynierów i głównych księgowych centralnych zarządów, na którym analizowano sytuację finansowo-ekonomiczną przemysłu chemicznego za 1953 rok i I kwartał 1954 r. Na kolegium tym rozpoznano przyczyny przekroczeń planu kosztów oraz ustalono środki i sposoby, zmierzające do zabezpieczenia wykonania obniżki kosztów własnych.

W czerwcu br. odbyły się pod przewodnictwem podsekretarza stanu narady we wszystkich centralnych zarządach przy udziale aktywu politycznego i gospodarczego centralnych zarządów, dyrektorów, głównych inżynierów i głównych księgowych zakładów, przedstawicieli Partii, Zarz. Gł. Zw. Zaw. Pr. Przem. Chem., PKPG, Ministerstwa Finansów i Narodowego Banku Polskiego.

Dyrektorzy centralnych zarządów przedstawili stan gospodarki poszczególnych zakładów i całego przemysłu, wytyczając równocześnie drogi uzyskania poprawy w wynikach finansowo-ekonomicznych zakładów.

Referaty dyrektorów, jakkolwiek starannie przygotowane, opracowane były głównie od strony księgowo-kalkulacyjnej, za mało zwrócono uwagi w nich na czynniki produkcyjne-

techniczne wpływające na obniżkę kosztów własnych. Przebieg dyskusji wykazał przy tym, że większość zakładów słabo przygotowała się do narady, co odzwierciedlało się w za mało konkretnym ustalaniu środków zaradczych ze strony zakładów.

Narady potwierdziły fakt, że stopień wykonania jakościowych i ekonomiczno-finansowych wskaźników produkcji a zwłaszcza obniżki kosztów zależy od załogi, zwłaszcza jej czynników kierowniczych. Personel inżynieryjno-techniczny zakładów i jednostek nadrzędnych w walce o wykonanie planów produkcyjnych zapomina o ekonomicznej stronie procesu produkcyjnego. Wykonanie jedynie ilościowych wskaźników planu prowadzi do złej jakościowo i drogiej produkcji, przekreślającej możliwości wykonania planu na wszystkich jego odcinkach.

Na naradach w centralnych zarządach przemysłu gumowego, farmaceutycznego, barwników i półproduktów oraz kwasu siarkowego i nawozów fosforowych widoczna była pewna zmiana w ustosunkowaniu się personelu inżynieryjno-technicznego do zagadnień ekonomicznych. Dyskusja wykazała, że inżynierowie zaczynają łączyć zagadnienia techniczno-produkcyjne z ekonomicznymi, co pozwoliło na podjęcie konkretnych uchwał w sprawie zabezpieczenia wykonania planowych zadań w zakresie obniżki kosztów.

Przedstawiciele poszczególnych zakładów mogli w czasie narady ocenić krytycznie braki i niedociągnięcia swoich zakładów w porównaniu do innych.

W Centralnym Zarządzie Przemysłu Kwasu Siarkowego i Nawozów Fosforowych zagadnienie to zilustrowano np. przy pomocy odpowiednich tablic i wykresów.

Celem wykorzystania i pogłębienia doświadczeń i narad odbytych w centralnych zarządach odbyły się w poszczególnych zakładach w okresie III kwartału konferencje partyjno-ekonomiczne w sprawie obniżki kosztów. Do odbycia takich konferencji wytypowanych zostało w pierwszym rzędzie 7 większych zakładów: Inowrocławskie Zakłady Sodowe, Poznańskie Zakłady Nawozów Fosforowych, Tomaszowskie Zakłady Włókien Sztucznych, Zakłady Azotowe im. P. Findera w Chorzowie, Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego w Tarnowie oraz Zakłady Chemiczne w Oświęcimiu.

Odbycie konferencji partyjno-ekonomicznej musiała poprzedzać pełna mobilizacja załogi osiągnięta poprzez pracę organizatorską i popularyzującą obniżkę kosztów własnych i jej podstawowe kierunki w zakładzie. Konferencje partyjno-ekonomiczne mogły osiągnąć swój cel jedynie wówczas, gdy nastąpi szczegółowe rozpoznanie wszystkich możliwości potania produkcji zakładu i ustalenie sposobów zrealizowania tych możliwości. Zaznaczyć należy, że istnieją sprzyjające warunki w zakładach pracy do szerokiej akcji uzyskania korzystnego przełomu na odcinku kosztów własnych produkcji.

Wprowadzona z dniem 1 maja br. nowa zasada premiowania za oszczędności materiałów zużywanych bezpośrednio do produkcji oraz premiowania za całość wyników obniżki kosztów przybliży zagadnienie obniżki kosztów do załogi i czyni je konkretnym.

Prace przygotowawcze w wymienionych siedmiu zakładach miały na ogół przebieg prawidłowy. Główne Komisje Zakładowe ustaliły podstawową problematykę obniżki produkcji zakładu, z której na pierwszy plan wysunęła się oszczędność surowców i materiałów bezpośrednich, podniesienie gatunkowości wyrobów — walka z odpadkami i brakami produkcyjnymi oraz prawidłowe rozchodowywanie funduszu plac.

Komisje wydziałowe zajęły się szczegółowym rozpracowaniem głównej problematyki kosztów, poza tym opracowały własną oddziałową problematykę.

Do opracowania zagadnień o charakterze ogólnozakładowym powoływane były komisje problemowe. Komisje propagandowe wykorzystwały wszystkie dostępne im środki, jak radiowęzeł, gazetki, transparenty, błyskawice, pogadanki itp. do popularyzacji sprawy obniżki kosztów.

Należy zaznaczyć, że w pracach przygotowawczych do konferencji partyjno-ekonomicznej słaby jeszcze był udział Zakładowego Koła Stowarzyszenia Inżynierów i Techników Przemysłu Chemicznego. A przecież takie tematy, jak: najbardziej ekonomiczne prowadzenie procesu produkcyjnego, ograniczenie pracochłonności i materiałochłonności wyrobów, wytyczenie dróg racjonalizacji procesów produkcyjnych na węzłowych odcinkach walki o obniżkę kosztów w każdym zakładzie nie mogą być rozwiązywane bez należytego wkładu pracy inteligencji technicznej.

Również odbywających się konferencji był również fakt, że

nie obejmowały one zagadnień inwestycyjnych i sprawy nadmiernych gospodarczo nieuzasadnionych remanentów.

W toku prac komisji wpłynęło wiele wniosków usprawniających pracę zakładu w przynoszących oszczędności. Wnioski te dotyczyły przede wszystkim wykonania zadań planowych przy pomocy środków przewidzianych przez plan, usprawnienia produkcji niezależnie od wytycznych planu techniczno-przemysłowo-finansowego, w ten sposób aby można było osiągnąć dodatkowe ponadplanowe oszczędności, wreszcie wzmocnienie formy organizacyjnej zakładu przez rozwijanie planowania i rozrachunku wewnątrzzakładowego, doskonalenie form ewidencyjnych w zakładzie oraz przyspieszenie obliczeń wyników produkcyjno-ekonomicznych.

Zaznaczyć należy, że przy rozpracowywaniu wyżej wymienionych zagadnień należało mieć na uwadze nie tylko swój zakład, ale i zakłady współpracujące, których wspólne wyniki składają się na całość obniżki kosztów gospodarki narodowej.

Dobre rozpoznanie zagadnienia obniżki kosztów zakładu, realny plan walki o obniżkę kosztów to dopiero pierwszy warunek pomyślnej realizacji planowych zadań w zakresie obniżki kosztów.

Dalszym warunkiem realizacji tego planu jest bieżąca kontrola wprowadzania w życie postanowień planu walki o obniżkę kosztów. Chodzi bowiem o to, aby walka o uzyskanie przełomu w kształtowaniu się kosztów własnych produkcji przemysłu chemicznego nie ograniczyła się do deklaracji na temat realizacji uchwał II Zjazdu Partii, lecz aby rozszerzona została rzeczywista i konkretna walka o wykonanie przez przemysł chemiczny zadań postawionych przez II Zjazd Partii.

SPRAWOZDANIE Z DZIAŁALNOŚCI STOWARZYSZENIA NAUKOWO-TECHNICZNEGO INŻYNIERÓW I TECHNIKÓW PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO W OKRESIE OD 1.IV.53 R. DO 1.VII.54 R.

W ciągu ubiegłych pięciu kwartałów działalność Stowarzyszenia oparta była na planie pracy uchwalonym w dniu 13.IV.53 r. przez Walny Zjazd Delegatów SITPChem, który — w związku z тезami na II Zjazd Partii — został na rozszerzonym posiedzeniu Zarządu Głównego w dniu 6.XII.53 r. uzupełniony w sposób następujący:

- dokonano zmiany tematyki odczytów opracowanych centralnie,
- program działalności Komisji i Sekcji nastawiono na przyspieszenie realizacji planów gospodarczych,
- uzupełniono tematykę zobowiązań przez uwzględnienie opracowania dodatkowej produkcji artykułów codziennego użytku z odpadów,
- wprowadzono do planu konferencji naukowo-technicznej zagadnienia związane z produkcją artykułów powszechnego spożycia,
- dla wykonania zadań postawionych przez Partię i Rząd przed inżynierami i technikami uchwalono w celu podniesienia kwalifikacji zawodowych zorganizowanie kursów korespondencyjnych na poziomie inżynierskim.

Wykonanie uzupełnionego planu stało się możliwe tylko dzięki zwiększeniu aktywności członków Stowarzyszenia oraz wzmocnieniu dyscypliny organizacyjnej Oddziałów a w szczególności Kół Zakładowych.

Skład Zarządu Głównego wybrany przez Walne Zgromadzenie Delegatów Stowarzyszenia w dniu 13.IV.1953 r. przedstawia się następująco:

mgr inż. St. Miernik	— Prezes
prof. dr Al. Zmazyński	— I wiceprezes
mgr inż. J. Szymański	— II wiceprezes
mgr inż. H. Galante	— III wiceprezes
" " G. Gawecka	— Sekretarz Generalny
" " T. Jabłoński	— Skarbnik
" " A. Twardzicki	— Członek
" " J. Kawa	— "
" " M. Marcinkowski	— "
" " W. Omielski	— "
" " L. Winogradów	— "
" " Żurkowski	— "
prof. S. Weychert	— z-cy członków
Z. Kondras	— " "
mgr inż. A. Olaszek	— " "
" " A. Wartalski	— " "
" " K. Solecki	— " "

W okresie sprawozdawczym ruch członków przedstawia się następująco:

na 1.IV.53 r. — 5301, na 1.IV.54 r. — 7593

w tym inżynierów 2231, techników 3588, inni 1774, razem członków 7593. Plan został wykonany w 111%.

Powyższa ilość członków grupuje się: poprzednio w 15 Oddziałach i 103 Kołach Zakładowych, obecnie w 19 Oddziałach i 172 Kołach Zakładowych, Plan został wykonany w 143%.

W okresie sprawozdawczym zostały zorganizowane Oddziały w Gdańsku, Radomiu, Jaśle i Lublinie.

Praca Zarządu Głównego w dużym stopniu odbywała się w Komisjach i Sekcjach.

Zadaniem Komisji jest realizowanie zadań ogólnotechnicznych obejmujących wszystkie branże wchodzące w skład Stowarzyszenia.

Zarząd Główny posiada 6 Komisji:

1. Komisja Postępu Technicznego
2. " Odczytowo-Szkoleniowa
3. " do Spraw Ustawy o Stopniu Inżyniera
4. " Technicznej Ochrony Pracy
5. " Remontowa
6. " Regulaminowo-Statutowa.

Sekcje branżowe realizują zadania Stowarzyszenia na odcinku działalności naukowo-technicznej poszczególnych branż wchodzących w skład naszego Stowarzyszenia.

Zarząd Główny posiada 7 Sekcji:

1. Sekcja farmaceutyczna
2. " związków azotowych (w organizacji)
3. " gumy
4. " izolacji
5. " szkła
6. " ceramiki szlachetnej i budowlanej
7. " cementu.

Poza tym celem realizacji zadań nakreślonych przez plan zatwierdzony na r. 1953 przez Walny Zjazd Delegatów i też II Zjazdu PZPR zostały utworzone przy Komisji Postępu Technicznego (przewodniczący Kol. E. Zawada) następujące Podkomisje:

- Podkomisja Realizacji Planów Produkcyjnych — Przewodn. T. Landau,
- Podkomisja Wynalazczości Pracowniczej — Przewodn. Z. Kondras,
- Podkomisja Aparatury Pomiarowej — Przewodn. Z. Szymusik,
- Podkomisja Norm — Przewodn. A. Paśś,
- Podkomisja Nowych Metod Pracy i Zobow. — Przewodn. G. Gawecka.

Zadaniem poszczególnych podkomisji jest opracowywanie kwartalnych planów pracy, związanych z jej działalnością, oraz analiza wykonania przez poszczególne ogniwa wytycznych nakreślonych przez podkomisje. Każdy z przewodniczących podkomisji składa na posiedzeniu Komisji Postępu Technicznego sprawozdanie z działalności swojej podkomisji, jak również omawia plan pracy na okres następny.

Ponadto na posiedzeniach K. P. T. omawiane są sprawy ogólne dotyczące postępu technicznego w przemyśle chemicznym i materiałów budowlanych jak: wnioski o przyznanie nagród państwowych (w okresie sprawozdawczym przeanalizowano 16 wniosków oraz przesłano do zaopiniowania do profesorów wyższych uczelni), usprawnienie dotychczasowego stylu pracy itp.

1. Podkomisja Realizacji Planów Produkcyjnych

W celu realizacji planów produkcyjnych zakładów Kol. Landauowa i Zawada opracowali szczegółowe tematy prac dla poszczególnych kół naszego Stowarzyszenia na IV kw. 53 r. i I kw. 1954 r.

Plany powyższe zostały rozesłane do kół, co niewątpliwie dodatnio wpłynęło na ich pracę i jej organizację, a realizacja tych zadań przez koła przyczyniła się do poważnych efektów ekonomicznych, o czym świadczą opinie dyrekcji zakładów o działalności naszych kół.

Równocześnie wezwano koła do wzięcia udziału we współzawodnictwie o najlepszą realizację zadań postawionych przez Komisję.

We współzawodnictwie pierwsze miejsce zajął Oddział Tarnów przy Z. P. A. im. F. Dzierżyńskiego.

2. Podkomisja Wynalazczości Pracowniczej

Działalność Podkomisji na odcinku wynalazczości pracowniczej w szczególności skoncentrowała się na:

- a. organizowaniu pomocy technicznej Klubów Techniki i Racjonalizacji,
- b. organizowaniu pomocy w celu umasowienia wynalazczości różnych konkursów racjonalizatorskich,
- c. organizowaniu brygad robotniczo-inżynierskich,
- d. propaganda wśród wszystkich członków Stowarzyszenia w celu wciągnięcia ich na członków do KTiR,
- e. uaktywnienie kół dla udzielania jaknajdalej idącej pomocy dla KTiR,

f. zorganizowaniu korespondencyjnego kursu dla inżynierów i techników w dziedzinie wynalazczości pracowniczej.

Uregulowanie w znacznym stopniu działalności doradców technicznych w Klubach Techniki i Racjonalizacji, za co odpowiedzialność ciążyła na SITPChem, wpłynęła decydująco na poprawę w organizacji ruchu wynalazczego, załatwieniu i realizacji projektów dając w sumie poważną dynamikę rozwojową nie notowaną w okresach ubiegłych.

Bezpośredni udział inżynierów i techników tzn. ilość zgłaszanych projektów stale wzrasta.

3. Podkomisja Aparatury Pomiarowej

Prace Podkomisji skoncentrowały się w szczególności na:

- a) wprowadzeniu wykładów z dziedziny pomiarowej na uczelniach technicznych,
- b) upowszechnianiu literatury fachowej i dążeniu do stworzenia specjalnego pisma pomiarowego,
- c) zorganizowaniu narady,
- d) zorganizowaniu kursu korespondencyjnego (patrz kursy),
- e) uregulowaniu powtórny wydziału aparatury pomiarowej w technikum,
- f) ułożeniu projektu schematu organizacyjnego komórek aparatury pomiarowej,

g) uzyskaniu w czasopiśmie Stowarzyszenia miejsca na „kącik pomiarowca” i zasilanie go artykułami.

Dla spopularyzowania zagadnienia pomiarów urządzono narady dyskusyjne na tematy organizacyjne i specjalne. Jako pierwszą zorganizowano w Gliwicach w dn. 10.XII.53 r. naradę na temat „Organizacji Gospodarki Pomiarowej w Zakładzie”, opierając się na referacie kol. Zarębskiego drukowanym w „Chemiku” Nr 4/53.

4. Podkomisja norm

Przewodniczący Kol. A. Paśś.

Podkomisja ta opracowała 5 referatów na ogólnokrajową konferencję normalizacyjną organizowaną przez PKN i NOT w czerwcu 1954 r., zorganizowała w kołach dyskusję nad referatami, przygotowała wnioski i przeprowadziła obrady sekcji chemicznej na konferencji.

5. Podkomisja Nowych Metod Pracy i Zobowiązań

Centralna Rada Zw. Zaw. zorganizowała konkurs na wprowadzenie do przemysłu II etapu metody inż. Kowalowa.

C. R. Z. Z. wytypowała Kol. inż. G. Gawecką na przewodniczącą sekcji branży chemicznej i rolno-spożywczej.

Na Zjeździe przemysł chemiczny reprezentowany był przez zakłady „Stomil”, „Tarnowskie Góry” i „Racibórz”.

Na posiedzeniu swojej sekcji Kol. Gawecka wygłosiła referat, na podstawie którego rozpracowano i rozesłano do kół szczegółowe materiały do dalszej pracy. Zakłady „Stomil” zdobyły przy tym drugą nagrodę.

W dniu 17.X.53 r. odbyła się w Stalinogrodzie jednodniowa narada realizatorów produjących metod pracy przy udziale 350 osób. Tematem jej było podsumowanie dwuletniego wprowadzenia przez nasze Stowarzyszenie i Z. Z. P. P. Chem. nowych metod pracy i ustalenie wytycznych dla dalszej ich realizacji (produjące metody pracy inż. Kowalowa, Korabielnikowej, Zandarowej).

Dla zbadania możliwości jaknajszerszego wprowadzenia nowych metod pracy zwiększono skład Podkomisji.

Do Podkomisji weszli:

Tow. Z. Neldner — Zw. Zaw. Prac. Przem. Chem. w Sosnowcu.

Dyr. Dudziński — MPChem.

Prof. Biqeisen — Inst. Ekonomii Pracy.

Wyżej wymieniony zespół ustalił, że koła zakładowe na specjalnych zebraniach winny przedyskutować możliwości i trudności upowszechnienia oraz popularyzacji metod czołowych nowatorów.

Działalnością odczytowo-szkoleniową w Zarządzie Głównym kierowała Komisja Odczytowo Szkoleniowa z przewodniczącym kol. J. Szymańskim.

Komisja Odczytowo Szkoleniowa składa się z dwóch podkomisji:

1) Podkomisja Odczytowa z przewodniczącym Kol. Milczanowskim.

2) Podkomisja Szkoleniowa z przewodniczącym Kol. Pilli-chem.

1. Podkomisja Odczytowa

W okresie sprawozdawczym wygłoszono ogółem 876 odczytów. Tematyka odczytów była opracowana zarówno centralnie jak i przez oddziały i koła. Tematyka ta obejmowała:

1) zagadnienia ekonomii politycznej i gospodarczej przemysłu chemicznego i materiałów budowlanych.

2) zagadnienia rytmicznego wykonywania zadań produkcyjnych przy stałej walce o jakość produkcji.

3) zagadnienie wprowadzania materiałów zastępczych do instalacji produkcyjnych,

4) sprawy pomocy ekspertów radzieckich dla rozwoju przemysłu chemicznego i materiałów budowlanych,

5) zagadnienia B. O. P.,

6) sprawy pomocy chemii dla rolnictwa (nawozy sztuczne),

7) środki ochrony roślin,

8) zagadnienia produkcji wyrobów codziennego użytku w szczególności w przemyśle gumowym, tworzyw sztucznych włókien sztucznych i barwników,

9) zagadnienia obniżki kosztów własnych i zmniejszania norm zużycia surowców,

10) zagadnienia oszczędności surowców i materiałów.

Największa ilość odczytów została wygłoszona w Oddziale Kieleckim (171 odczytów) z czego w ramach MPPPR 44 odczyty. Duży wkład pracy w osiągnięciu tego Oddziału włożył Kol. J. Kosiński.

Na Oddział Pomorski przypada 89 odczytów, co jest w głównej mierze zasługą Kol. J. Krygiera, który pierwszy w naszym Stowarzyszeniu rozpoczął akcję wygłaszania odczytów bezpłatnie w ramach pracy społecznej. Na 89 odczytów wygłoszono tam 44 odczyty a więc prawie 50% w ramach prac społecznych. Dużej pomocy w tej akcji udzielili Kol. Kol. Ławniczak, Rutkowski i Domagański z Koła przy Bydgoskich Zakładach Przemysłu Gumowego.

Dalsze miejsce zajmuje Koło „Rokita” które zorganizowało 31 bezpłatnych odczytów na 40 wygłoszonych w okresie sprawozdawczym w Oddziale Dolno-Śląskim.

W Oddziale Tarnów wprowadzono wygłaszanie odczytów przez radiowęzeł. Taką też formę wprowadziło Koło przy Włocławskiej Fabryce Fajansu, gdzie w okresie sprawozdawczym wygłoszono 22 pogadanki z tego 16 przez radiowęzeł.

W Tarnowie został ponadto wygłoszony przez Kol. Twardzickiego cykl odczytów pt. „Nowoczesne kierunki rozwoju wielkiej syntezy organicznej”.

Członkowie Koła przy Tomaszowskich Zakładach Włókien Sztucznych wygłaszają na miesięcznych naradach krótkie pogadanki dla załogi na temat prawidłowego obsługiwanie poszczególnych agregatów produkcyjnych.

W Kole przy zakładach Azotowych w Kędzierzynie prowadzono pogadanki zmierzające do podniesienia poziomu ideologicznego personelu inżynierii technicznej. Duży wkład pracy do działalności Koła wniósł inż. Rokossowski.

W Oddziale Kraków wygłoszono 35 odczytów w ramach normalnej działalności Oddziału oraz 39 odczytów w ramach MPPPR. W Oddziale tym wyróżniło się Koło przy Cementowni „Górka”, w którym organizowano wieczory dyskusyjne przy udziale naukowców celem rozwiązywania problemów produkcyjnych.

Koło przy C. Z. P. Szklarskiego prowadzi szeroką akcję fachowych odczytów z dziedziny przemysłu szklarskiego dla swoich zakładów.

W miesiącu Pogłębiania Przyjaźni Polsko-Radzieckiej w naszych oddziałach i kołach wygłoszono ogółem 307 odczytów, które stanowią 35% całej akcji odczytowej w ubiegłym okresie. Ożywiona akcja odczytowa MPPPR była urozmaicona przez koła filmami i wystawami technicznej książki radzieckiej.

Wystawy takie np. zorganizowało Koło „Piastów” w Oddziale Warszawskim. Wystawę w Piastowie zwiedziło około 100 osób.

2. Podkomisja Szkoleniowa

K u r s y

Podkomisja szkoleniowa zajmowała się przede wszystkim analizowaniem programów kursów, które następnie referowała na posiedzeniu Komisji Odczytowo-Szkoleniowej.

a) Kurs przygotowawczy do egzaminu na stopień inżyniera materiałów budowlanych.

Na kurs zakwalifikowano 170 słuchaczy z czego 37 zrezygnowało w pierwszych miesiącach, 21 zrezygnowało w połowie trwania kursu i 4 przeniesiono na kurs chemików. Liczba uczestników kursu ustaliła się w wysokości 117 osób, tj. ok. 65%.

W programie kursu przyjęto niżej podane specjalizacje:

1) technologie cementu, wapna i gipsu	— 31 osób
2) „ ceramiki szlach. i półszlach.	— 13 „
3) „ „ budowlanej	— 27 „
4) „ materiałów ogniotrwałych	— 4 „
5) „ szkła	— 24 „
6) „ izolacji	— 18 „

Razem: 117 osób

b) Kurs przygotowawczy do egzaminu na stopień inżyniera chemika II turnus.

Administracyjne rozpoczęcie II turnusu kursu nastąpiło we wrześniu, naukowe w grudniu ub. r. Na 142 kandydatów zakwalifikowanych zostało na kurs 114:

z Województwa warszawskiego	— 47 uczestników
„ krakowskiego	— 29 „
„ śl. dąbrowskiego	— 16 „
„ dolno-śląskiego	— 15 „
„ poznańskiego	— 2 „
„ szczecińskiego	— 1 „
„ gdańskiego	— 2 „
„ pomorskiego	— 1 „
„ łódzkiego	— 3 „
„ lubelskiego	— 2 „
„ kieleckiego	— 3 „

Największa ilość uczestników kursu (62 czyli 54%) jest pochodzenia robotniczego, 31,5% (36 uczestników) pochodzenia inteligenckiego oraz 11,5% (13) — chłopskiego. Charakterystyczny jest fakt, że znaczna część kursantów jest zatrudniona w produkcji.

Celem ułatwienia kursantom przyswojenia przewidzianego programem kursu materiału nauczania zorganizowano 3 ośrodki konsultacyjne: Warszawa, Kraków i Gliwice.

2 Kursy dla inżynierów i techników.

a) Kurs dla inżynierów i techników zatrudnionych w ruchu został zakończony.

We wrześniu odbędzie się egzamin. Wydano w sumie 8 tomów skryptów (1659 str.).

Tematyka kursu obejmuje:

1. matematyka	292 str.
2. gospodarka cieplna	712 „
3. „ wodna	355 „
4. aparatura pomiarowa	150 „
5. aparatura wentylacyjna	150 „

razem: 1659 str.

W kursie uczestniczyło ok. 700 słuchaczy.

b) Kurs dla inżynierów i techników wynalazczości pracowniczey w przemyśle chemicznym i materiałów budowlanych.

Dwa pierwsze tomy skryptów są już na ukończeniu. Trzeci tom jest w druku. Kurs będzie zakończony 1-tygodniowym kursem słuchowym w Sławieicach. Na zakończenie kursu odbędzie się egzamin i będą wydane zaświadczenia. Skrypty zawierają 500 stron. Uczestników zgłosiło się ok. 600.

W stadium organizacyjnym są następujące kursy:

Kurs urządzeń i aparatury przemysłu chemicznego i materiałów budowlanych.

Kurs aparatury pomiarowej.

Celem kursu aparatury pomiarowej jest podanie podstawowych wiadomości o aparaturze pomiarowej w przemyśle chemicznym i materiałów budowlanych, zorientowanie ruchowców w posiadanych możliwościach pomiarów, ułatwienie wyboru typu aparatu i celowości jego wyboru. Kurs ma również podać wiadomości o automatycznej regulacji i o pomiarach zdalnych. Poziom III i IV.

Przewidywana ilość uczestników — 750,

" " stron — 1000.

Kurs dla oficerów pożarnictwa, kurs BOP dla inżynierów i techników, kursy krótkoterminowe.

Komisja Remontowa

Przewodniczący: Kol. Cz. Dacko. Komisja Remontowa została zorganizowana w IV kwartale 1953 r.

Z inicjatywy Kom. Rem. złożona została przez resort konferencja z przedstawicielami CZ w W-wie.

Na konferencji poinformowano zainteresowanych o celach i zadaniach Komisji i o sposobie prowadzenia prac.

Komisja do spraw ustawy o stopniu inżyniera

Przewodniczący: mgr inż. J. Kawa.

Komisja rozpatrzyła na 16 posiedzeniach 500 podań kandydatów na kurs przygotowawczy do egzaminu na stopień inżyniera chemika i materiałów budowlanych. Z innych prac, jakie Komisja załatwiła w okresie sprawozdawczym, należy wymienić opiniowanie projektu nowelizacji ustawy o stopniu inżyniera dla NOT.

Rozpatrzone 85 prac na tytuł inżyniera, w tym 63 przesłano do odpowiednich politechnik.

Sekcja Cementu

Przewodniczący: kol. J. Sulikowski.

Sekcja Cementu zorganizowała konkurs na dodawanie żużla wielkopiecowego do klinkru portlandzkiego.

Sekcja Ceramiki

Przewodniczący kol. K. Czechowski. Sekcja została uruchomiona w grudniu 53 r.

Przez zorganizowanie 2 odczytów wewnątrz sekcji członkowie zostali zapoznani z produkcją kamionki kwasoodpornej i rur kanalizacyjnych w CSR.

Konferencje, rady naukowo-techniczne i wystawy

Stowarzyszenie nasze przeszło na nową metodę pracy przy przygotowaniu konferencji i narad.

Biuro Zarządu Głównego przesyła mianowicie ściśle określone tematy wraz z ich omówieniem do dyskusji do oddziałów i kół, które organizują wieczory dyskusyjne wykorzystując przysłany materiał. Sprawozdanie z przebiegu dyskusji, wnioski i uchwały powzięte na wieczorze dyskusyjnym koła przesyłają do Oddziału i Zarządu Głównego.

Zorganizowaliśmy konferencję „Nowe tworzywa w budowie aparatury chemicznej”, Konferencję Czytelników z redakcjami czasopism „Przemysł Chemiczny” i „Chemik”.

W dniu 17.X.53 odbyła się w Stalinogrodzie 1-dniowa „Narada realizatorów produkujących metod pracy” (omówiona powyżej). Konferencja naukowo-techniczna na temat „Materiały izolacji wodoszczelnej w budownictwie” odbyła się w dn. 18.XII.53 r. w Domu Technika przy udziale 98 osób.

5.VI.54 r. Oddział Kędzierzyn zorganizował przy udziale Wydziału Chemicznego Politechniki Śląskiej, Dyrekcji Zakładów Przemysłu Azotowego, profesorów wydziałów chemicznych wyższych uczelni i przedstawicieli przemysłu chemicznego konferencję poświęconą sprawie zabezpieczenia należytego profilu i poziomu przygotowania absolwentów wydziałów chemicznych dla potrzeb przemysłu. Do przygotowania konferencji duży wkład pracy włożyli kol. kol. J. Szymański, Lis, Margulies, Ostrowski.

Konferencja materiałów zastępczych w budowie aparatury chemicznej odbyła się w dniach 3 i 4 maja br.

Współpraca z czasopismami

W ubiegłym okresie Stowarzyszenie włączyło w krąg swoich zainteresowań 5 czasopism technicznych:

1. Cement, Wapno i Gips
2. Chemik

3. Materiały Budowlane

4. Przemysł Chemiczny

5. Szkło i Ceramika

Istnieją 2 Komisje Programowe:

1. dla czasopism chemicznych „Chemik” i „Przemysł Chemiczny” z kol. E. Zawadą jako przewodniczącym.

2. dla czasopism materiałów budowlanych: „Cement”, „Wapno i Gips”, „Materiały Budowlane”, i „Szkło i Ceramika” z kol. Bartoszewiczem jako przewodniczącym.

W obu Komisjach są reprezentowane resorty i stowarzyszenia. Obie Komisje programowe przeanalizowały dokładnie plany wydawnictw swych czasopism na r. 1954 i wprowadziły do nich uzupełnienia.

Współpraca z zagranicą

W celu wymiany doświadczeń nad osiągnięciami w zakresie postępu technicznego i również wprowadzenia nowych form, organizacji i metod pracy w przemyśle chemicznym, Stowarzyszenie zorganizowało w roku ub. dwa spotkania.

Jednym z nich było spotkanie z przedstawicielem przodującej nauki radzieckiej w osobie akademika prof. dr A. Siergiejenko, znanego uczonego z dziedziny katalizatorów organicznych i produktów destylacji ropy naftowej.

Drugie spotkanie miało miejsce z przedstawicielem nauki Niemieckiej Republiki Demokratycznej, przewodniczącym „Kammer der Technik” prof. dr Frankiem.

Przypisek Redakcji:

Sprawozdanie z Walnego Zebrania Delegatów, które odbyło się w dniu 2 lipca br., zamieszczone zostanie w jednym z następnych zeszytów „Przemysłu Chemicznego”.

KRAJOWA WYSTAWA WYNALAZCZOŚCI I POSTĘPU TECHNICZNEGO WE WROCŁAWIU

W dniu 8 sierpnia 1954 roku otwarta została we Wrocławiu Krajowa Wystawa Wynalazczości i Postępu Technicznego. W dniu tym odbył się uroczysty zjazd naukowców i racjonalizatorów, aktywistów postępu technicznego z udziałem około 20 000 przedstawicieli wszystkich zakładów przemysłowych Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej.

Zjazdowi przewodniczył Minister Lesz, który udekorował odznaczeniami najwybitniejszych aktywistów krajowego postępu technicznego.

Referat na zjeździe wygłosił Przewodniczący Państwowej Komisji Planowania Gospodarczego E. Szyr podsumowując wyniki wynalazczości pracowniczej oraz stawiając nowe zadania przed aktywem postępu technicznego i wynalazczości.

Po uroczystościach zjazdowych otwarta została Krajowa Wystawa Wynalazczości i Postępu Technicznego, która wzbudziła wielkie zainteresowanie całego społeczeństwa. W pierwszym dniu wystawę zwiedziło przeszło 100 000 osób.

Ekspozycje przemysłu chemicznego znajdują się na wystawie w trzech pawilonach i wykazują możliwości rozwojowe przemysłu chemicznego dzięki zasobom podstawowych surowców: węgla, soli, kamienia wapiennego, anhydrytu i innych. W pokazie tym uwidoczniło w jaki sposób możliwości te są wykorzystywane i jak postęp techniczny i wynalazczość pracowników pomagają przemysłowi chemicznemu w wykonywaniu zadań.

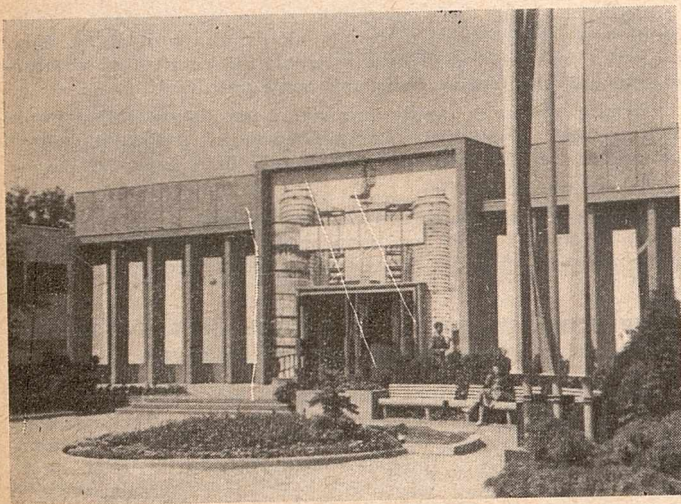
W pawilonie pierwszym — głównym znajdują się stoiska: problemowe, nawozów sztucznych, środków ochrony roślin, przemysłu nieorganicznego, syntezy chemicznej, odczynników chemicznych oraz Instytutu Chemii Ogólnej. W części problemowej zapoznajemy się z rozwojem przemysłu chemicznego w Polsce w oparciu o krajowe surowce. Umieszczona na pierwszym planie plansza informuje, że wartość produkcji przemysłu chemicznego w cenach niezmiennych wzrosła o 693% w porównaniu z rokiem 1946 oraz, że w tym okresie uruchomiono ponad 370 nowych asortymentów produkcji. Dalej pokazany jest poważny wysiłek inwestycyjny obejmujący budowę wielkich zakładów chemicznych: Oświęcim, Kędzierzyn, Wizów, N. Z. P. O. „Rokita”.

Część problemową dopełniają plansze przedstawiające rozwój wynalazczości oraz działalność związku Zawodowego Pracowników Przemysłu Chemicznego i Stowarzyszenia Inżynierów i Techników Przemysłu Chemicznego w kierunku zapewnienia pełnego rozwoju ruchu wynalazczości pracowniczej.

Stoisko nawozów sztucznych i środków ochrony roślin obrazuje wysiłki przemysłu chemicznego zmierzające do zaopatrzenia

nia rolnictwa w coraz większe ilości nawozów sztucznych i cały asortyment innych produktów. Duże zainteresowanie wzbudziła makieta ilustrująca cykl produkcji karbidu i azotniaku, na której zaznaczono wszystkie udoskonalenia techniczne i usprawnienia dokonane przez racjonalizatorów. Usprawnienia te, jak zastosowanie elektrody ciągłej w piecach karbidowych, udoskonalenie urządzeń do zasilania pieców karbidowych wapnem i koksem, transport panwi z karbidem na łamcze i wiele innych, pozwoliły na wyprodukowanie dodatkowych ton nawozów dla rolnictwa. Dużym zainteresowaniem cieszy się saletrzak granulowany — produkcja Kędzierzyna. Wśród nawozów pokazano również superfosfat granulowany i termofosfat topiony, przy czym podkreślono efekty ekonomiczne osiągane przez rolnictwo dzięki stosowaniu nawozów granulowanych.

Na stoisku środków ochrony roślin między innymi widzimy gameksan, którego produkcję uruchomiono w oparciu o dokumentację radziecką. Najskuteczniejszy ten środek w walce ze stonką ziemniaczaną budzi duże zainteresowanie. Przykła-



dem jak ruch racjonalizatorski wpływa na zwiększenie produkcji środków ochrony roślin jest zastosowanie chloratora konstrukcji zespołu inż. Słonia i towarzyszy. Dzięki niemu zwiększono jedenastokrotnie produkcję chloralu — składnika niezbędnego do produkcji azototu — w porównaniu z produkcją osiąganą przy chloratorze duńskiej konstrukcji.

Ekspozyty przemysłu nieorganicznego uwidoczniają zwiększenie produkcji takich artykułów, jak sody kalcynowanej, kaustycznej, kwasu solnego, wapna chlorowanego i innych. Tutaj również wielką rolę odgrywają liczne udoskonalenia procesów produkcyjnych.

Zapoznaliśmy się z usprawnieniami kalcynacji sody wprowadzonymi przez zespół ob. Kuklińskiego i ob. Marcinka, z usprawnieniami produkcji wapna chlorowanego, które jednocześnie podnoszą warunki bezpieczeństwa i higieny pracy, z urządzeniem ob. Orskiego do chwywania par sublimowanego naftalenu, co zmniejsza stratę naftalenu o 1000 t. rocznie.

Ciekawym ekspozytem jest również granulator sadzy aktywnego projektu inż. Penno i inż. Sosnowskiego. Projekt ten skrócił poważnie proces produkcyjny i wpłynął również dodatnio na dystrybucję sadzy.

Makieta aparatury do produkcji jodu z solanek przedstawia osiągnięcia pracowników Instytutu Chemii Nieorganicznej. Można też zapoznać się z aparatem do kalcynacji dwuwęglanu metodą fluidalną.

Stoisko syntezy chemicznej świadczy o tym, że dopiero w Polsce Ludowej powstały warunki dla budowy tej wielkiej gałęzi przemysłu. Widzimy tu takie artykuły, jak benzyna syntetyczna, metanol, fenol, aceton i wiele innych, jak również próbki wosków syntetycznych.

Stoisko odczynników chemicznych wykazuje jak poważne wyniki osiągnięto w przemyśle chemicznym i jak duże znaczenie mają produkowane odczynniki dla wszystkich branż przemysłu naszej gospodarki narodowej. Stoisko to przedstawia import odczynników przed 1939 r., rozwój produkcji w okresie 10 lat Polski Ludowej oraz obecny eksport do Turcji, Egiptu, Czechosłowacji, Węgier, Chin, Albanii, Brazylii i Korei.

Instytut Chemii Ogólnej zaznajamia nas na swym stoisku z opracowanymi metodami oraz z szeregiem osiągnięć przemysłowych, między innymi prof. dr Świętosławskiego, autora kilkuset patentów.

W drugim pawilonie reprezentowane są przemysły: farmaceutyczny, barwników, włókien sztucznych, tworzyw sztucznych i farb i lakierów. Jeśli chodzi o przemysł farmaceutyczny to zapoznaliśmy się z osiągnięciami mgr Synowiedzkiego i innych twórców nowych polskich leków takich jak penicylina, hepafort, ACTH, rutyna, chloromycetyna i inne. Leki te są produkowane w oparciu o polskie patenty pracownicze.

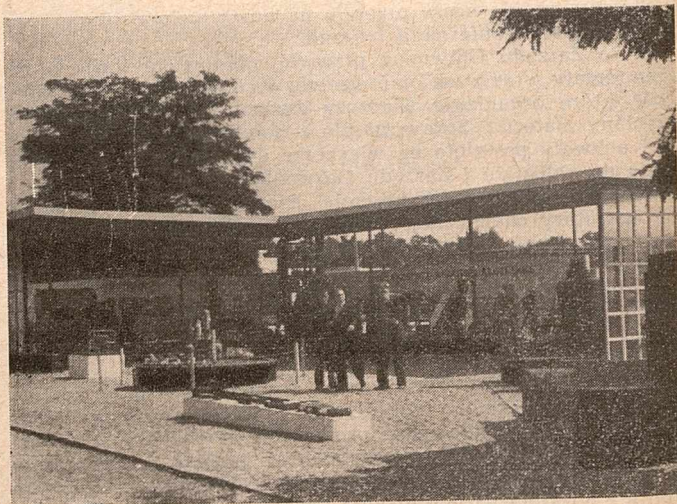
Na stoisku barwników mamy całą gamę barwników światłotrwale, kwasowych, zasadowych, wśród których znajdują się szczególnie trwałe i cenne barwniki kadziowe, takie jak żółcień helantrenowa GOK, pomarańczowe RK, różowe R, brunat RRD, błękit RS, błękit helantrenowy 4B, barwniki, których wartość znana jest poza granicami kraju. Odnaczają się one żywością barw i odpornością na działanie światła, prania itp.

Przemysł farb i lakierów wystawił różne próbki wymalowań: części maszyn, blach, skór, puszek konserwowych; szczególnie rzucają się w oczy kolorowe emalie krystaliczne, które dotychczas były importowane, a krajowa ich produkcja stanowi osiągnięcie racjonalizatorów.

Ilościowo najwięcej ekspozatów wystawił przemysł tworzyw sztucznych. Jakkolwiek nie pokazał on całego asortymentu swych wyrobów, to jednak imponująca jest ilość i różnorodność wystawionych wyrobów z tworzyw sztucznych dotąd w Polsce nieprodukowanych.

Widzimy więc tu możliwości szerokiego zastosowania winiduru: rury, zawory, płyty, a nawet aparatura mleczarska o pojemności 2000 litrów, folie płaszczowe, obrusowe, tuby kosmetyczne, dermatoid, płyty podeszwowe. Zainteresowanie wzbudza klej do łączenia metalu z drewnem, drewna z gumą, gumy ze szkłem. Na stoisku tym mamy również wyroby tekstolitowe, jak panewki do łożysk, cichobieżne koła zębate, helmy górnicze itp. Przedstawiono również plastycznie przy pomocy modeli cykl produkcji wyrobów celuloidowych. Ważnym ekspozytem jest papier bakelizowany do celów izolacji elektrycznej. Udoskonalenie produkcji — urządzenie inż. Kulbingera i towarzyszy przedstawiono przy pomocy makiety.

Wśród ekspozatów przemysłu włókien sztucznych widzimy steelon, włókno szklane oraz szereg cennych udoskaleń technicznych, jak barwienie włókna Wipolan w masie, skrótną metodę wytwarzania wiskozy polegającą na równoczesnym siarczowaniu alkaliceleulozy i rozpuszczaniu ksantatu, udoskonalony piec do odwodniania cykloheksanolu, metodą wytwarzania wiskozowego jedwabiu kordowego, wprowadzenie termicznego dojrzewania alkaliceleulozy przy pomocy pary wodnej (zamiast dotychczas używanej wody utlenionej) i wiele innych.



Do najciekawszych ekspozatów w pawilonie trzecim należy zaliczyć automat sterujący generatory wykonane pierwszy raz w Polsce w Wyrskich Zakładach Urządzeń Chemicznych. Na zewnątrz poza pawilonami znajduje się stoisko wyrobów z węgla uszlachetnionego, jak: elektrody do lamp łukowych, elektrody do pieców karbidowych, wykładziny ognioodporne i kwasoodporne w urządzeniach przemysłowych i aparaturze chemicznej. Zainteresowanie budzi wycinek garu wielkiego pieca wykonany z węgla uszlachetnionego wagi około 70 ton.

KONFERENCJA NAUKOWO-TECHNICZNA

„ŚRODKI OCHRONY ROŚLIN, ZDROWIA I ZABYTEKÓW”

Ochrona roślin, zdrowia i zabytków jest w gruncie rzeczy ochroną chemiczną. Wiele środków chemicznych niszczy zarówno szkodniki roślin, jak zdrowia ludzkiego i zabytków kultury.

Polski przemysł środków ochrony roślin jest pomimo bardzo poważnego dorobku dość słaby i zacofany w stosunku do krajów przodujących. Import stanowi jeszcze dotąd około 70% zapotrzebowania krajowego. Zamierzenia rozbudowy tego przemysłu są w tej chwili przedmiotem ostatecznej dyskusji i dawała się odczuć potrzeba zetknięcia chemii z odbiorcami i użytkownikami, aby przez szeroką i swobodną konfrontację poglądów, potrzeb i możliwości wypracować materiały konieczne dla ustalenia programu prac badawczych i rozwoju przemysłu środków ochrony roślin, zdrowia i zabytków.

Konferencję taką w dniach 29, 30/VI i 1/VII rb. zorganizowały Stowarzyszenia Naukowo-Techniczne Inżynierów i Techników Przemysłu Chemicznego, Leśnictwa i Drzewnictwa oraz Rolnictwa przy współudziale Ministerstwa Przemysłu Chemicznego, Rolnictwa, Skupu, Leśnictwa, Zdrowia oraz Kultury i Sztuki.

W obradach wzięło udział ponad 160 uczestników.

Obrady zajął Minister Przemysłu Chemicznego inż. B. Rumiński. „II Zjazd Partii — powiedział min. Rumiński postanowił rozszerzyć i wzmocnić walkę ze szkodnikami, rozbudować służbę ochrony roślin, nadać jej szersze uprawnienia i powiązać ją z przodownikami ochrony roślin w terenie, nadać walce ze szkodnikami charakter ogólnokrajowy, w szczególności na odcinku stonki ziemniaczanej, zwiększyć znacznie współpracę służby ochrony roślin z aparatem zaopatrzenia w te środki oraz postawił poważne zadania przed przemysłem w dziedzinie zwiększenia produkcji asortymentów środków ochrony roślin”.

„Trzeba powiedzieć, że dotychczas po III Zjeździe Partii mało zostało w tym kierunku zrobione i że powołujemy się dotychczas na te osiągnięcia, jakich przemysł chemiczny na tym odcinku dokonał w ciągu kilku ubiegłych lat”.

„Znajdujemy się w dość trudnej sytuacji, bo budujemy właściwie całkiem nowy przemysł środków do walki ze szkodnikami, nie można bowiem uważać za przemysł produkcji prymitywnych mieszanek”.

„Trzeba z całą odpowiedzialnością podkreślić, że nie mamy jeszcze w obecnej chwili pełnej jasności i koordynacji potrzeb, że nie mamy wyraźnie skonkretyzowanych potrzeb, zwłaszcza na odcinku niektórych nowych asortymentów, że nie mamy również wyraźnego i jasnego rozeznania w naszym przemyśle odnośnie kierunków rozbudowy i odnośnie metod produkcyjnych — tym bardziej, że w produkcji środków ochrony roślin sytuacja zmienia się nie z roku na rok, ale z miesiąca na miesiąc. Jasność w tej dziedzinie mogą stworzyć tylko badacze i naukowcy”.

„Dlatego nasi naukowcy i technicy powinni ze szczególną wnikliwością wejrzeć i wyłuskać, co jest konieczne i możliwe do przyjęcia z dorobku techniki światowej w tej dziedzinie i przeniesienie do nowego przemysłu, ale powinni to robić z dużą ostrożnością”.

„Szczególnie poważne zadania istnieją również na odcinku jakości naszych preparatów..... Sprawa jakości nie może być zlikwidowana przez sam przemysł. Zagwarantować dobrą jakość środków ochrony roślin może tylko harmonijna współpraca przemysłu z odbiorcami, właściwa organizacja kontroli technicznej i właściwa metodyka badań tych środków”.

„Musimy również ustosunkować się do rozbudowy służby ochrony roślin, do prac badawczych wspólnych między zainteresowanymi i musimy rozpatrzyć zagadnienie wykształcenia nowych zastępów fachowców w tej trudnej służbie ochrony roślin i walki ze szkodnikami zdrowia i zabytków kultury”.

„Konferencja ma być próbą mobilizacji w kierunku szybkiego rozwiązywania tych zagadnień, które przed nami stoją od dawna, ale które dopiero na II Zjeździe Partii zostały bardzo ostro zaakcentowane” — zakończył min. Rumiński.

Na zebraniach plenarnych wygłoszono i przedyskutowano następujące referaty:

1) Mgr T. Stachyra — „Podstawowe zadania i problemy rolnictwa w zakresie walki chemicznej z chorobami i szkodnikami roślin uprawnych”;

2) Mgr St. Gatecki — „Stan obecny i potrzeby rolnictwa w dziedzinie sprzętu ochrony roślin”;

3) Dr St. Szymański — „Ochrona zabytków”;

4) Prof. P. Kubikowski i mgr A. Bojanowska — „Toksykologia środków używanych do zwalczania szkodników zdrowotnych i gospodarczych”;

5) Inż. M. Słoń — „Produkcja środków ochrony roślin w Polsce”;

6) Prof. M. Nunberg — „Szkolenie młodych kadr w rolnictwie i leśnictwie w dziedzinie ochrony roślin”;

7) Prof. St. Żółtowski — „Konieczność rozszerzenia badań i zorganizowania ośrodka doświadczalnego nad środkami owadobójczymi i innymi”.

Poza posiedzeniami plenarnymi odbyły się obrady w sekcjach.

1) W sekcji rolniczej referaty wygłosili: mgr P. Szulc, prof. dr E. Chroboczek inż. M. Matzke, mgr T. Lenartowicz i mgr R. Łęcki, dr W. Węgorek i dr Z. Gołębiowska, dr T. Pietkiewicz, rozpatrując poszczególne problemy i odcinki działalności rolniczej. W wyniku obszernej dyskusji wysunęto wnioski, odnoszące się do asortymentu i jakości środków ochrony roślin, badań nad działaniem ich na biocenozę i człowieka, organizacji i koordynacji prac naukowo-badawczych, usprawnienia terenowej służby ochrony roślin, zorganizowania akcji szkoleniowej, utworzenia wspólnego czasopisma poświęconego sprawom ochrony roślin oraz wniosek o przeanalizowanie strony ekonomicznej produkcji i stosowania środków ochrony roślin.

2) W sekcji leśnictwa dyskusja toczyła się wokół referatów dr W. Kochlera i mgr Z. Schnaidera. Żądano specjalnego asortymentu środków dla potrzeb leśnictwa, zwłaszcza środków grzybobójczych, polepszenia przemiatu preparatów, pierwszeństwa w dostawach środków dla ochrony lasów, rozszerzenia badań naukowych, zbadania wpływu środków ochrony roślin na zwierzęta leśne, na biocenozę i a toksywność przetworów leśnych, wreszcie podjęcia nowych typów i znormalizowania sprzętu ochrony lasów.

3) W sekcji ochrony zabytków referaty wygłosili dr St. Szymański i mgr R. Kowalski. Zagadnienie ochrony zabytków jest u nas bardzo młode, są to dopiero pierwsze kroki chemików, biologów i fizyków intenresujących się tą ciekawą i ważną dla kultury narodowej dziedziną. Wnioski dotyczyły utworzenia instytutu naukowo-badawczego i rady konserwatorsko-technologicznej dla spraw zabytków, wciągnięcia innych pracowników do pomocy w konserwacji zabytków, polepszenia warunków BHP w pracowniach konserwatorskich i dostarczania środków do ochrony zabytków kultury i sztuki.

4) W sekcji zdrowia referaty wygłosili: inż. A. Bojanowska, inż. K. Zych, dr M. Robotnik, mgr M. Orzeł. W dyskusji poruszano sprawy toksyczności preparatów dla osób zajętych przy produkcji, dystrybucji i stosowaniu środków do tępienia szkodników, sprawę impregnacji tkanin środkami przeciw pasożytom, sprawę asortymentu i jakości preparatów DDT (do dezynfekcji, dezynsekcji i deratyzacji) i sprawę sprzętu do stosowania tych środków. Wnioski dotyczyły specjalnego asortymentu środków ochrony zdrowia, współpracy lekarzy i biologów przy opracowywaniu nowych preparatów, utworzenia placówki do badań toksykologicznych, opracowania nowych przepisów BHP przy stosowaniu i obrocie środkami do tępienia szkodników oraz nowelizacji ustawy z 1924 roku o rejestracji środków ochrony roślin.

5) W sekcji chemicznej dyskusja toczyła się wokół referatów inż. M. Stonia, inż. F. Lepkuchlera, inż. S. Łaguny, mgr Mośńskiego, mgr Moszczyńskiego, mgr Hetnarskiego i mgr Kowalika. Wysunęto wnioski odnośnie podniesienia zakładu syntezy środków ochrony roślin do rzędu samodzielnego instytutu, poprawienia warunków BHP w laboratoriach, wciągnięcia katedr chemicznych do badań nad środkami ochrony roślin, nawiązania ściślejszej współpracy z przemysłem drobnym i utworzenia dla niego odrębnego instytutu naukowo-badawczego, nawiązania współpracy z krajami demokracji ludowej w zakresie wymiany osiągnięć, dokumentacji, literatury i praktyk produkcyjnych, zacieśnienia współpracy z użytkownikami (zwłaszcza z rolnictwem, które powinno przeprowadzać wstępne badania z nowymi preparatami zagranicznymi), uzgadniania planów prac badawczych, ujednolicenia metod badań chemicznych

i biologicznych, rozszerzenia asortymentu i polepszenia jakości produkowanych środków oraz systematycznego obniżenia kosztów ich produkcji, przeprowadzania kalkulacji zabiegów już w stadium prac badawczych, szerokiego wykorzystywania odpadów z przemysłu nieorganicznego i organicznego do produkcji nowych środków do zwalczania szkodników, przyznania zakładom produkującym te środki priorytetu w zaopatrzeniu i w wykonawstwie inwestycji oraz powołania komisji dla ustalenia form współpracy międzyresortowej w dziedzinie środków ochrony roślin, i zabytków.

Podsumowania obrad konferencji dokonał przewodniczący SITPChem inż. St. Miernik. Omówił on dotychczasowe błędy i zaniedbania w dynamicznie rozwijającej się produkcji środków ochrony roślin oraz rolę konferencji w ich usunięciu.

Na konferencji uzgodniono asortymenty i skalę produkcji szeregu środków oraz przeanalizowano potrzeby uruchomienia produkcji i podjęcia prac badawczych nad nowymi środkami. Należy przy tym korzystać bardziej z doświadczeń krajów demokracji ludowej. Dalszy postulat to konieczność wzmocnienia placówek naukowo-badawczych zarówno w resorcie chemii, jak i w innych resortach zainteresowanych nowymi produktami środków ochrony roślin. Należałoby rozbudować służbę ochrony roślin w terenie, nadać jej większe kompetencje, zintensyfikować instruktaż oraz rozszerzyć akcję propagandową i uświadamiającą dla szerokiego ogółu rolników.

Bardzo ważną sprawą jest konieczność ochrony zdrowia osób stykających się ze środkami ochrony roślin oraz sprawa rejestracji preparatów dopuszczonych do sprzedaży.

Wprowadzając nowe produkcje pamiętać musimy o ekonomicznej stronie produkcji, jak również i o stałym polepszeniu jakości produkowanych preparatów.

„O ile potrafimy w przyszłości — korzystając z przełomu który konferencja nasza w tę dziedzinę wprowadzi — znaleźć właściwą platformę współpracy, naświetlić jeszcze raz krytycznie nasz program pracy na odcinku wprowadzenia nowych produkcji, dokonać podziału produkcji pomiędzy przemysł kluczowy, a przemysł drobny, wzmocnić nasze placówki naukowo-badawcze zarówno w resorcie chemicznym, jak i innych resortach, kompleksowo rozwiązać zagadnienie dystrybucji i magazynażu środków ochrony roślin, jak również produkcję sprzętu potrzebnego do stosowania w rolnictwie, leśnictwie i służbie zdrowia, to niewątpliwie przełom, o który walczymy, będzie dokonany i produkcja środków ochrony roślin w naszym kraju stanie na wysokości krajów przodujących, a nasze rolnictwo będzie mogło skutecznie przewyciężyć te dysproporcje, które na skutek dotychczasowych naszych zaniedbań na tym odcinku miały miejsce” — zakończył kol. inż. Miernik.

Po podsumowaniu uchwalono szereg wniosków plenarnych oraz rezolucję zrywającą do „mobilizacji wszystkich sił i środków, jakimi rozporządza nowoczesna technika dla zapewnienia wysokich urodzajów i zbiorów w rolnictwie, podniesienia produkcji lasów i zabezpieczenie środków chemicznych dla zwalczania szkodników roślin, zdrowia i zabytków”.

Obok konferencji zorganizowano wystawę. Estetycznie wykonane plansze i liczne eksponaty i kolekcje przedstawiały rozwój, stan obecny i dalsze zamierzenia produkcyjne przemysłu, szkodniki roślin uprawnych, lasów i magazynów oraz metody i sprzęt do ich zwalczania, działalność stacji sanitarno-epidemiologicznych, kolumn DDT, a wreszcie zagadnienia ochrony zabytków kultury i sztuki, a więc rodzaje i przyczyny zniszczeń, bogatą kolekcję pleśni i bakterii, sposoby badania i usuwania zniszczeń oraz środki chemiczne używane w konserwacji i ochronie zabytków. Pokazano również liczne używane w konserwacji i ochronie zabytków. Pokazano również liczne wydawnictwa krajowe i zagraniczne na temat poszczególnych zagadnień.

A. L.

Z NARADY W ZPA KĘDZIERZYN

W dniu 5 czerwca br. w Zakładach Przemysłu Azotowego w Kędzierzynie odbyła się narada w sprawie ustalenia należytego profilu i poziomu przygotowania absolwentów wydziałów chemicznych na wyższych uczelniach do potrzeb przemysłu.

Iniacytwa zorganizowania narady wyszła od Wydziału Chemicznego Politechniki Śląskiej w Gliwicach, Zakładów Przemysłu Azotowego w Kędzierzynie oraz od Oddziału Stowarzyszenia Inżynierów i Techników Przemysłu Chemicznego w Kędzierzynie, występującego w porozumieniu z Zarządem Głównym SITPChem.

W naradzie udział wzięło około 250 osób. Poza licznym gronem profesorów, asystentów i absolwentów wyższych uczelni oraz przedstawicielami zakładów pracy, przybyli na naradę również przedstawiciele KC PZPR, Ministerstwa Przemysłu Chemicznego, Ministerstwa Szkolnictwa Wyższego, Naczelnej Organizacji Technicznej i organizacji w młodzieżowych.

Naradę otworzył naczelny dyrektor ZPA Kędzierzyn inż. L. Lis, który w swym przemówieniu podkreślił poważne zadania stojące przed polskim przemysłem chemicznym w końcowym okresie planu 6-letniego i wynikającą stąd konieczność należytego przygotowania nowych kadr inżynierskich. Na przewodniczącego narady wybrano prof. A. Zmaczyńskiego.

Prof. A. Zmaczyński sprecyzował cel narady i znaczenie wyników obrad dla opracowania reformowanego w chwili obecnej programu pięcioletnich jednolitych studiów inżynierskich. W wyniku zasadniczej zmiany naszego ustroju, przed dzisiejszym inżynierem stoją nowe i odmienne zadania i obowiązki, zasadniczej bowiem zmianie uległa rola robotnika prawdziwego współgospodarza kraju. Od inżyniera wymagamy, aby był on nie tylko dobrym kierownikiem lecz i nauczycielem i doradcą robotnika. Prof. Zmaczyński podkreślił również, że dyskusja powinna wykażać, czego nasz rozwijający się przemysł wymaga od inżyniera-chemika i absolwenta wydziału chemii uniwersytetu i jaki w związku z tym powinien być poziom ich przygotowania.

Za podstawę do szerokiej dyskusji i swobodnej wymiany poglądów posłużył referat prof. J. Ciburowskiego i koreferat dyr. J. Boruckiego na temat projektowanej reformy programu nauczania na wydziałach chemii politechnik i uniwersytetów.

Prof. J. Ciburowski (Politechnika Warszawska) wygłosił wyczerpująco opracowany referat na temat reformy programów studiów chemicznych w uczelniach technicznych.

Myślą przewodnią referatu jest krytyka dotychczasowych programów nauczania i metod szkolenia na wydziałach chemicznych wyższych uczelni technicznych na tle stwierdzonego w praktyce niedostatecznego przygotowania absolwentów studiów inżynierskich I stopnia i wynikająca stąd konieczność dokonania już obecnie odpowiedniej reformy programów studiów chemicznych. Nowy program tych studiów powinien zagwarantować dostarczanie naszemu przemysłowi dobrze przygotowanych fachowców, zdolnych do opanowania nowoczesnej techniki przemysłu chemicznego i zapewnienia jej dalszego postępu, a więc inżynierów zdolnych do wypełnienia wielkich zadań nakreślonych w przyszłym planie 5-letnim.

Zdaniem prof. Ciburowskiego w programach studiów chemicznych powinny być uwzględnione następujące 4 grupy przedmiotów: 1) przedmioty ekonomiczno-społeczne, 2) przedmioty teoretyczne, 3) przedmioty ogólnotechniczne oraz 4) specjalizacja. Stosunek wymiaru godzin wykładowych przedmiotów tych 4 grup powinien być odpowiednio ustalony. Przy wykładzie przedmiotów teoretycznych (matematyka, fizyka, chemia, chemia fizyczna) należy położyć nacisk na działy mające szczególne znaczenie dla technologa. Daleko idącej reformy wymaga grupa przedmiotów ogólnotechnicznych, gdyż — jak wykazuje praktyka — najwięcej trudności sprawia absolwentom strona techniczna procesu produkcyjnego, a nie jego chemizm. Wypływa stąd konieczność większego niż to ma dziś miejsce „utechnicznienia” programu studiów chemicznych. Sporo uwagi w referacie poświęcono zagadnieniu ważności dla chemika poszczególnych dyscyplin z grupy przedmiotów ogólnotechnicznych, wysuwając równocześnie sugestję w jakim zakresie przedmioty te winny być uwzględnione w reformowanym programie. Prof. Ciburowski omówił również zagadnienie specjalizacji, krytykując dotąd przyjęty jej podział wg działów przemysłu, czyli branżowości, gdyż celem specjalizacji powinno być wyrobienie u absolwenta umiejętności kompleksowego syntetycznego rozwiązywania zagadnień przemysłowych, równocześnie od strony chemicznej, technicznej i ekonomicznej. Nowoczesny przemysł potrzebuje absolwentów o szerokim profilu specjalizacji; kryterium podziału na specjalizacje powinna stanowić metoda technologiczna lub zasadniczy proces, a nie branżowość chemiczna.

Po omówieniu zagadnienia reformy egzaminu dyplomowego i praktyki dyplomowej, która zdaniem prelegenta powinna mieć przede wszystkim charakter projektu technologicznego produkcji i być szkołą pracy kompleksowej, wykonywanej w warunkach stawianych takim projektem w przemyśle, — końcowa część referatu poświęcona została reformie dydaktyki i metody nauczania na wydziałach chemicznych wyższych uczelni technicznych. Metodyka nauczania powinna rozwijać

większą niż dotychczas samodzielność pracy studenta, jego zdolności do pracy twórczej i przewyżczać jego obawy zajmowania bardziej samodzielnych i odpowiedzialnych stanowisk w przemyśle. Poza tym w referacie podkreślono, jako ważny czynnik dydaktyczny, konieczność zachowania ciągłości pracy eksperymentalnej i ciągłości prowadzenia obliczeń przez cały czas studiów, co przyczyni się do wyrobienia u studenta praktycznej umiejętności dokonywania obliczeń już w uczelni.

Koreferat dyr. J. Boruckiego (MPChem) miał charakter krytyki obecnego przygotowania absolwentów studiów chemicznych I stopnia do pracy w przemyśle. Wydziały chemiczne i technologii chemicznej mają kształcić inżynierów zdolnych do rozwiązywania problemów chemicznych, technicznych i ekonomicznych. Dzisiejsi absolwenci wydziałów chemicznych zdaniem dyr. Boruckiego mają przygotowanie zbyt „laboratoryjne” i na ogół nie potrafią myśleć kategoriami technologiczno-ekonomicznymi.

Po wygłoszeniu referatów wywiązała się dyskusja, w której wzięło udział około 30 uczestników narady. Ograniczamy się tutaj do podania treści kilku przemówień.

Rektor Politechniki Wrocławskiej prof. Smoleński podkreślił zgodność poglądów profesury i przedstawicieli przemysłu, jaka zarysowała się w toku dyskusji na temat reformy programu studiów chemicznych przedstawionej w referacie prof. Ciborowskiego. Wyższe uczelnie powinny przygotować absolwentów do pracy naukowej a nie tylko zawodowej, gdyż absolwent musi przyczyniać się do postępu techniki. Nowy program nie powinien ograniczać zakresu dyscyplin podstawowych, jak matematyka, chemia, fizyka. Referent wypowiada się za koniecznością ścisłej współpracy wyższej uczelni z przemysłem na odcinku pracy dyplomowej i praktyki.

Wiceminister inż. Ulak podkreślił wielkie znaczenie narady w Kędzierzynie jako spotkania naukowców z przedstawicielami przemysłu. Program prof. Ciborowskiego jest słuszny, a nawet w pewnym stopniu rewelacyjny. Głosy krytyki w czasie dyskusji na temat dotychczasowego stosunku przemysłu do młodych kadr inżynierskich przychodzących z uczelni należy uznać za uzasadnione. Winę za brak dostatecznego zainteresowania się zakładów pracy losem absolwentów ponoszą dyrekcje tych zakładów i centralne zarządy. Przemysł musi znaleźć czas i środki na szkolenie zawodowe młodych absolwentów i na ich wychowanie społeczne. W obecnej zaś sytuacji wielu absolwentów woli iść do instytutów naukowych i do biur projektów niż do zakładów przemysłowych. Reorganizacja studiów powinna objąć zarówno politechniki jak i uniwersytety, natomiast prace dyplomowe powinny być wykonywane we właściwych zakładach pracy.

Min. Grzybek (Min. Przem. Mat. Bud.) wyraził opinię, że studia wyższe powinny zapoznać studenta również z gospodarką narodową i zagadnieniami polityczno-społecznymi oraz wpoić w niego przekonanie o konieczności stałej troski o człowieka pracy. Młode kadry muszą nauczyć się pracować na nowoczesnej aparaturze i na tym odcinku przemysł powinien okazać im swą pomoc.

Celowe byłoby przeprowadzenie okresowych dyskusji ze studentami w obecności inżynierów z zakładów przemysłowych. Panuje zgodność opinii, że znaczna liczba dzisiejszych absolwentów wydziałów chemicznych wykazuje brak dostatecznych wiadomości z matematyki, chemii fizycznej i ekonomiki przemysłu.

Wypowiadając się w zasadzie za przyjęciem tez referatu prof. Ciborowskiego dyr. techn. ZPA Kędzierzyn inż. Laidler przedstawił swe poglądy co do roli i zadań młodego inżyniera o nowym profilu w przyszłym planie 5-letnim. Przemysł potrzebuje zarówno badaczy jak projektantów i kierowników produkcji. Inż. Laidler podkreślił konieczność posiadania przez absolwentów szerszych wiadomości z matematyki i chemii fizycznej i ze swej strony zreferował i złożył własny projekt zreformowanego programu studiów na wydziałach chemicznych wyższych uczelni.

Inż. Wolg (ZPA Kędzierzyn) proponuje wziąć z programu prof. Ciborowskiego tylko to, co będzie mogło być zrealizowane w praktyce, przy czym za najważniejsze należy uznać przedmioty podstawowe, gdyż bez ich opanowania absolwent nie będzie dobrym inżynierem. Zdaniem inż. Wolga należy dostarczyć przemysłowi 4 specjalizacje funkcjonalne: 1) badacza naukowego, 2) inwestora, 3) projektanta, 4) kierującego produkcją.

Ze strony absolwentów studiów inżynierskich I stopnia zabrał głos w dyskusji inż. J. Hop z ZPA w Tarnowie. Podkreślił on, że dotychczasowy trzyletni okres studiów jest zbyt krótki, jeśli idzie o należyte przygotowanie absolwentów do realizacji zadań w przemyśle. Należy szkolić w kierunku budowy aparatury chemicznej i maszynoznawstwa, uwzględnić w programach naukę o planowaniu, ekonomikę przemysłową, statystykę i BHP. Specjalizacja powinna być szersza, a praktyka dyplomowa odpowiednio wykorzystana na wykonanie pracy dyplomowej. Charakterystycznym momentem przemówienia inż. Hopa był apel pod adresem czynników nadrzędnych, aby młodych inżynierów kierować na odpowiednie stanowiska, a nie — jak to często bywa — na stanowiska zastępców mistrzów zmianowych. Inż. Hop czuje się pokrzywdzony ogólną opinią o małej przydatności dla przemysłu młodych kadr absolwentów kursu inżynierskiego I stopnia i zwraca się zapytaniem, co zamierza uczynić resort szkolnictwa wyższego w kierunku doksztalcenia tych kadr.

Ważniejsze zagadnienia poruszone w dyskusji zostały podsumowane w przemówieniu Wiceministra Szkolnictwa Wyższego prof. O. Achmatowicza, który stwierdził, że pomimo pewnych różnic w poglądach na temat zamierzonej reformy studiów chemicznych wszystkie zainteresowane strony wypowiadają się za koniecznością szybkiego przeprowadzenia tej reformy, zarówno pod względem zmian w programach jak i metodyki szkolenia studentów.

Po syntetycznym ujęciu wypowiedzianych poglądów i wnioskujących z nich postulatów i wniosków, prof. Achmatowicz zapoznał uczestników narady z perspektywnym planem stopniowej realizacji zamierzonej reformy studiów chemicznych przez resort szkolnictwa wyższego. Opinia większości uczestników narady aprobuje w zasadzie tezy referatu prof. Ciborowskiego dotyczące reformy studiów. Postulaty i wnioski wysunięte w toku narady będą wzięte pod uwagę przy układaniu nowych programów i metod nauczania. Zamierzone jest stopniowe odciążanie studentów od pracy kontrolowanej, a tym samym pozostawienie im więcej czasu na pracę samodzielną; ma to nastąpić możliwie najszybciej i to na wszystkich latach studiów (nowe plany nauczania przewidują tylko 31 godzin wykładów i ćwiczeń tygodniowo). Na wydziałach chemicznych wprowadzenie nowego programu jednolitego studium pięcioletniego dla pierwszego roku przewidziane jest już od nowego roku szkolnego 1954/55, przy czym istnieje możliwość, że i na drugim roku nastąpi przejście na cykl pięcioletni.

Jeśli idzie o ważną sprawę przyspieszenia dostarczenia przemysłowi kadr inżynierskich o nowym profilu, lepiej przygotowanych do realizacji zadań nakreślonych planem 5-letnim, to istnieje już teraz możliwość podniesienia kwalifikacji absolwentów obecnego cyklu czteroletniego drogą odpowiedniej modyfikacji programu nauczania. Druga możliwość — to spieszne uruchomienie półzaocznych (1,5 do 2-letnich) kursów magisterskich dla licznych kadr inżynierów I stopnia. Poza tym zamierza się przekazywać prace dyplomowe zainteresowanym zakładom pracy, co doprowadzi do zbliżenia uczelni do gospodarki i do zapoznania się studentów z problematyką przemysłu. Wyższe uczelnie oczekują ze swej strony, że Ministerstwo Przemysłu Chemicznego i inne resorty gospodarcze okażą realną pomoc przekazując uczelniom zbędną dla przemysłu aparaturę dla potrzeb szkolenia studentów w skali półtechnicznej.

Kończąc swe przemówienie wiceminister Achmanowicz poruszył sprawę możliwości nawiązania kontaktów uczelni z przemysłem w przedmiocie sformułowania problemów przemysłu i ich przekazywania katedrom, aby plany nauczania były tymi problemami nasycone i żeby rozwiązania ich przenikały do wykładów i ćwiczeń. Tą drogą przyszli absolwenci oprócz przygotowania teoretycznego już w czasie studiów zapoznają się z problematyką tej gałęzi przemysłu, do której pójdą po opuszczeniu uczelni.

Po zamknięciu całodziennego dyskusji, przewodniczący narady prof. A. Zmaczyński poinformował zebranych, że wybrana komisja wnioskowa prześle Ministerstwu Szkolnictwa Wyższego protokół wraz z wnioskami i dezyderatami wysuniętymi przez obecnych.

Liczne grono uczestników narady miało możliwość zwiedzenia główniejszych działów produkcji ZPA Kędzierzyn pod kierunkiem przedstawicieli dyrekcji zakładów.

WYMIANA PUBLIKACJI Z ZSRR

W ramach wymiany z Akademią Nauk ZSRR (Oddz. Nauk Chemicznych) wzajemnie za nasze czasopismo redakcja otrzymuje systematycznie szereg chemicznych czasopism radzieckich.

Prócz tego corocznie przysyłane są do redakcji jako dar Akademii książki wydawane przez tę instytucję.

W roku bieżącym redakcja otrzymała:

- D. U. Mendelejew — Naucznyj Archiw, I. Pieriodiceskij zakon, r. 1953
 W. Ja. Anosow, S. A. Pogodin — Osnownyje naczala fiziko-chimiczeskowo analiza, r. 1947
 W. K. Korszak — Metody wysokomolekularnoj organiczeskoj chimii, Tom I — Obszczije metody sinteza wysokomolekularnych sojedinienij, r. 1953
 Metody issledowanja struktury vysokodispersnych i poristych tieł (Trudy sowieszczanija 25—29 VI 1951), 1953
 Trudy sowieszczanija po elektrochimii (19—25.XII.1950), 1953
 A. M. Butlerow — Soczinienija, r. 1953 (2 tomy)
 Sbornik statiej po obszcziej chimii, 1953 (2 tomy)
 D. A. Pietrow — Trojnyje sistemy, r. 1953
 P. D. Dankow, D. W. Ignatow, N. A. Szisakow — Elektronograficzeskije issledowanija okisnych i gidrookisnych ple-nok na metalach, r. 1953
 D. N. Andrejew — Organiczeskij sintez w elektriczeskich razriadach, r. 1953
 W. P. Barzakowskij, S. K. Dubrowo — Fizikochimiczeskije swojstwa glazurej wysokowoltnowo farfora, r. 1953
 M. G. Gonikberg — Chimiczeskije rawnowiesje i skorość reakcij pri wysokich dawlenjach, r. 1953
 M. S. Wrewskij — Raboty po teorji raztworow, r. 1953
 S. A. Dimitriew — Myła i nowyje mojuszczije sredstva, r. 1953
 G. G. Curinow — Pirometr N. S. Kurnakowa, r. 1953
 W. I. Michiejewa — Chimiczeskaja priroda vysokoprocnych splawow aluminja s magnjem i cynkom, r. 1953

oraz 4 broszurki z życiorysami chemików radzieckich: I. W. Griebienszczykowa, W. I. Bernadskiego, A. N. Niesmiejanova i I. I. Czerniajewa.

Składamy podziękowanie Akademii Nauk ZSRR za tę stałą pomoc naszym placówkom chemicznym wyrażającą się w umożliwieniu im wykorzystania cennych prac uczonych radzieckich w dążeniu do realizacji postępu technicznego.

Nadesłane książki — jak wszelkie otrzymywane przez nas publikacje — przekazywane są do centralnej Biblioteki Placówek Naukowo-Badawczych MPChem.

REDAKCJA

PRZEGLĄD CZASOPISM

„Przegląd Geologiczny” nr 6 — 1954.

Nowoczesne sposoby wzbogacania rud krajowych — W. Stępiński omawia procesy przeróbki mechanicznej i wzbogacania mułów utlenionych rud cynku i ołowiu, wzbogacania piasków żelazistych i zaleca zbadanie możliwości użytkowania wy-pazków pirytowych i odpadów flotacyjnych rudy miedzi.

„Hutnik” nr 7 — 1954

100 lat hutnictwa aluminium 1854 — 1954 — W. Łoskiewicz.

Otrzymywanie tlenku glinu. — J. Kwiatkowski — Autor omawia sprawę surowcową i metody produkcji tlenku alumi-nium: zasadowe, kwaśne i elektrotermiczne. Obszerniej opisuje metody suche — przez spiekania, które jego zdaniem ze wzglę-du na charakter naszych złóż glinowych są najbardziej inte-resujące dla Polski.

Kierunki rozwoju produkcji aluminium za pomocą elektro-lizy — M. Brafman.

Elektrolityczna rafinacja aluminium — Zofia Maślanka — Orman — Z okazji uruchomienia pierwszej w Polsce huty alu-minium w Skawinie „Hutnik” poświęcił specjalny temu epokowemu w dziejach naszych wydarzeniu.

„Nafta” nr 7 — 1954 (Biuletyn Instytutu Naftowego)

Wyosobnienie aromatów na drodze ekstrakcyjnej — S. Nie-mentowski znalazł na podstawie doświadczeń, że selektywna działalność furfurołu jako czynnika rozdzielającego jest nieco lepsza od fenolu.

„Cement — Wapno — Gips” nr 6 — 1954

Kolorymetryczne oznaczenia SiO₂ w cemencie — W. Za-włoka przystosowała metodę kolorymetryczną oznaczania SiO₂, polegającą na mierzeniu intensywności zabarwiania kompleksu krzemomolibdenowego do analizy cementu.

„Szkło i Ceramika” nr 7 — 1954 (Biuletyn Instytutu Techno-logii Krzemianów).

Fotokolorymetryczne oznaczanie sodu i potasu w szkłe — M. Wilkonowicz przewiduje możliwość przystosowania ana-lizy kolorymetrycznej do oznaczania sodu w szkłe i potasu w szkłe i w krzemionkach.

„Przegląd Papierniczy” nr 7 — 1954

Podwyższony jakości wiskozowej masy celulozowej — J. Rutkowski analizuje parametry potrzebne do całkowitego opanowania procesu technologicznego produkcji wiskozowej masy celulozowej.

„Acta Poloniae Pharmaceutica” nr 2 — 1954

Dekstran, jako środek zastępczy plazmy krwi — Z. Syno-wiedzki, J. Mioduszeński, J. Sikorska i H. Szafranowa.

Trwałość czynników krwiotwórczych w Extractum Hepa-tis concentratum — Z. Synowiedzki, R. Kojer, L. Krówczyń-ski, R. Wagner, K. Gruber, R. Tyrałło.

Kulometryczne oznaczenia za pomocą elektrochloru — K. Kalinowski.

Otrzymywanie 1,4 — bis (sulfanilo) — piperazyny — S. Biniecki i A. Kabziński.

„Farmacja Polska” 7 — 1954

Postępy w dziedzinie analizy chemicznej — E. Wawrzyniak daje przegląd nowoczesnych metod fizykochemicznych sto-sowanych w analizie chemicznej.

Miareczkowanie preparatów farmaceutycznych kwasem nadchlorowym w środowisku bezwodnym (w środowisku lo-dowatego kwasu octowego) opisują K. Goszczyńska i M. Ró-żańska.

„Przegląd Techniczny” nr 6 — 1954

Trelon — nowe włókno poliamidowe — opisuje Herman Ludewig (NRD).

„Wiadomości PKN” nr 7 — 1954

Zagadnienie dokładności chemicznych metod analitycznych w Polskich Normach — T. Adamski poddaje analizie ten trud-ny problem ujęty w projekcie normy PN/C-0220

„Ochrona Pracy” nr 4 — 1954

Higiena pracy przy przyrządzaniu i stosowaniu farb pro-mieniotwórczych — M. Mosur

Organizacja służby zapobiegania pożarom w Związku Ra-dzieckim — A. Biedroń — Kalinowski.

Przegląd przepisów dotyczących BHP — A. Mironczuk

„Ochrona Pracy” nr 5 — 1954

Wpływ podstawowych rodników organicznych na toksycz-ność związków chemicznych — K. Wątorski

Piece prażalnicze a ochrona pracy — Z. Puławski

Proces dwuazowania amin z punktu widzenia ochrony pra-cy — K. Aścik

VI TECHNOLOGIA NIEORGANICZNA

VII A. Kwasy, zasady, chemikalia

W 349 661.876:621.357.2:621.3.035.224.6 25 — 10,54

Breckheimer W., Schütze R.: **Elektrochemiczna regeneracja zanieczyszczonych ługów pochromowych**. „Die elektrochemische Regenerierung von unreinen Chromablaugen.” Z. Electrochemie, t. 57, Nr 9, grudz. 53, s. 857; A4, 2 str., 1 wyk., 5 tabl. Przy elektrochemicznym utlenianiu ługów pochromowych w obecności kwasu octowego, korodują anody ołowiane. Powodem tego jest zwiększona rozpuszczalność $PbSO_4$ w CH_3COOH . Przeprowadzono badania nad regeneracją ługów pochromowych z użyciem anody z innego materiału. Odpowiednimi okazały się elektrody platynowane z warstwą PbO_2 i MnO_2 .

W 350 661.973.4 25 — 10,54

Kuntzsch E. (Meltewitz Wurzen): **Nowa metoda otrzymywania dwutlenku węgla w N.R.D.** „Ein neues Kohlensäuregewinnungsverfahren in der Deutschen Demokratischen Republik.” Chem. Techn., t. 5, Nr 10, paźdz. 53, s. 587; A4, 3,5 str., 1 rys., 1 tabl. Duże ilości odpadkowego dwutlenku węgla z procesu fermentacji melasu oraz rzadkość koksu doprowadziły w NRD do budowy próbną i produkcyjną instalacji do oczyszczania i skraplania fermentacyjnego dwutlenku węgla. Metoda opiera się na suszeniu gazu przy pomocy żelu krzemionkowego i oczyszczaniu przy pomocy węgla aktywnego. Spreżanie oczyszczonego gazu prowadzi się w trzostopniowej wysokociśnieniowej sprężarce z tokiem o pierścieniach uszczelniających z węgla. Urządzenie takie nie wymaga smaru przy pracy. Bateria oczyszczająca i osuszająca są przełączane i kolejno regenerowane. Otrzymany dwutlenek węgla jest chemicznie czysty, pozbawiony smaru i wody.

W 351 66.046.41:66.08:546.732.26.07:546.562.26.07 25 — 10,54

Stephens F. M. (Battelle Memorial Inst., Columbus, Ohio): **Prażenia siarczanowe metali nieżelaznych w złożu fluidalnym**. „The fluidized-bed sulfate roasting of nonferrous metals.” Chem. Engng. Progr. t. 49, Nr 9, wrześ. 53, s. 455; A 4, 4 str., 1 fot., 1 rys., 5 poz. bibl. Omówiono proces fluidalnego prażenia związków metali nieżelaznych (tlenków i siarczków), w atmosferze SO_2 lub tlenu, celem selektywnego otrzymywania odpowiednich siarczanów, rozpuszczalnych w wodzie. Przedyskutowano przerób materiałów, zawierających miedź i kobalt, oraz wpływ czynników na przebieg tak samej fluidyzacji, jak i procesu chemicznego (wpływ temperatury, przepływu gazów i ich składu).

W 352 661.634.2:66.02 25 — 10,54

Flery P.: **Otrzymywanie kwasu fosforowego metodą moką**. „Phosphoric acid by the wet process.” Chem. Age, t. 69, Nr 1794, list. 53, s. 1121; A 5, 2 str. Artykuł stanowi streszczenie referatu, wygłoszonego na konferencji Międzynarodowego Stowarzyszenia Wytwórców Superfosfatu (15—17 września 53, Cambridge). Produkcja kwasu fosforowego na drodze suchej na ogół nie przyjęła się w krajach europejskich ze względu na koszt energii elektrycznej. Prawie wyłącznie jest tam stosowana przez producentów nawozów fosforowych, metoda mokra, pomimo że pociąga za sobą straty kwasu siarkowego. Poza tym metoda ma jeszcze nast. poważne wady: 1) otrzymuje się kwas fosforowy bardzo zanieczyszczony, 2) w procesie uzyskuje się produkt rozcieńczony, a zagęszczenie cieczy przez odparowanie połączone jest z problemem korozji itp. Autor podaje wyniki doświadczeń, prowadzonych w latach 1937—49, najpierw na skalę laboratoryjną, a potem próbną techniczną, proces, który pozwala, wychodząc z fosforytów półn. amerykańskich i 75% H_2SO_4 — uzyskać kwas fosforowy o gęst. 1,40, zawierający ok. 32% P_2O_5 . Proces ten nie jest ciągły i charakteryzuje się serią pojedynczych i niezależnych procesów. Podano bliższe szczegóły, dotyczące prowadzenia procesu i aparatury doświadczalnej.

W 353 661.634.2:66.02 25 — 10,54

Nordengren S. R.: **Rozruch fabryki kwasu fosforowego**. „Starting up a phosphoric acid plant.” Chem. Age, t. 69, Nr 1793,

list., 53, s. 1063; A 5, 4,5 str. Referat wygłoszony na konferencji Międzynarodowego Stowarzyszenia Wytwórców Superfosfatu w Cambridge 15—17 września 1953. Omówiono szczegółowo proces technologiczny produkcji kwasu fosforowego na drodze mokrej, z fosforytów i kwasu siarkowego, oraz aparaturę stosowaną w tym procesie. Zwrócono uwagę na zakłócenia, mogące zachodzić w procesie i podano sposoby usuwania ważniejszych. Podano optymalne warunki prowadzenia procesu.

W 354 66.074.5:661.419:536.2.023 25 — 10,54

Dobratz C. J., Moore R. J., Barnard R. D. (The Dow Chemical Corp., Pittsburg, California): **Absorpcja chlorowodoru w absorberach o zwilżonych ścianach**. „Absorption of hydrochloric acid in wetted-wall absorbers.” Chem. Engng. Progr., t. 49, Nr 11, list. 53, s. 611; A 4, 6 str., 1 rys., 9 wyk., 2 tabl., 15 poz. bibl. Badania prowadzono w rurach: karbowatej, tantalowej i ze stali nierdzewnej. Stosowane gazy przemysłowe zawierały ok. 84% HCl , resztę stanowiły gazy obojętne (N_2 , CO_2 i Cl_2). Opisano technikę doświadczalną i aparaturę. Oznaczono współczynniki przenikania masy w zależności od szybkości gazów; obliczono współczynniki przepływu ciepła; przedyskutowano wyniki doświadczalne, dot. spadku ciśnienia w kolumnie, w porównaniu z innymi danymi lub równaniami, i powody ewentualnych niezgodności.

W 355 546.267.07:662.764:541.128.13 25 — 10,54

Kautter C. T., Leitenberger W. (Röhm u. Haas GmbH., Darmstadt): **Wytwarzanie cyjanowodoru według Andrusowa w skali wielkotechnicznej**. „Grosstechnische Herstellung von Cyanwasserstoff nach Andrusow.” Chemie-Ing.-Techn., t. 25, Nr 12, grud. 53, s. 697; A 4, 4,5 str., 2 fot., 3 rys., 7 poz. bibl. Opisano wielkotechniczną instalację do otrzymywania cyjanowodoru z metanu, amoniaku i powietrza. Surowce stanowią: ciekły amoniak i „dalgaz” z Ruhry. Ten ostatni przetwarzany jest przy pomocy gazu wodnego na kontakcie niklowym w metan. Instalacja pracuje z wydajnością 70%, licząc na metan, względnie 60% w odniesieniu do amoniaku; 30% amoniaku odzyskuje się w postaci siarczanu amonu. Podano szczegóły dotyczące siatek katalizatorowych, wykonanych z platyny zawierającej 10% rodu; siatki te pracowały dotąd 4000 godzin. Metoda przedstawia się korzystnie w oparciu o gaz ziemny, jako źródło metanu; stosowanie „dalgazu” z Ruhry zwiększa koszty produkcji.

W 356 661.214:661.251:553.635 25 — 10,54

Otrzymywanie siarki w Z.S.R.R. „Sulphur extraction in Russia.” Chem. Age, t. 69, Nr 1793, list. 53, s. 1062; A 5, 0,25 str. Opisano nowe metody otrzymywania siarki i kwasu siarkowego z anhidrytu i pirytów. Brykiety z anhidrytu, pirytów, węgla w różnych postaciach (około 15% ilości pirytów stanowi węgiel) i tlenku glinu (jako kaolin) ogrzewa się w strumieniu wilgotnego powietrza, wzbogaconego w tlen, i otrzymuje produkty takie, jak: siarka, tlenki siarki, siarczki żelaza itp. Proces przeprowadza się w temp. ok. 900° (poniżej 1150°). Wydajność siarki wzrasta z obniżeniem zawartości anhidrytu i ze wzrostem temperatury. Wzrost stosunku: węgiel/piryty — również polepsza wydajność siarki. Wyniki uzyskane w skali laboratoryjnej są pozytywne.

VII TECHNOLOGIA ORGANICZNA

VII C. Masy plastyczne. Guma

W 357 678:66.094.38 25 — 10,54

Le Foll J.: **Przyczynek do studiów nad mechanizmem działania dezaktywatorów**. „Contribution à l'étude du mécanisme de L'effet désactifant”. Rev. Gen. Coout. mies., t. 30, Nr 8, sierp. 53, s. 559, A4, 4 str., 1 rys., 2 wyk., 2 tabl., 6 poz. bibl. — Autor zbadał starzenie wielu mieszanek zawierających antyutleniacz dezaktywator lub oba te składniki. Wyniki badań potwierdzają hipotezę, że antyutleniacze przeciwdziałają pękaniu łańcuchów, a dezaktywatory powodują powstawanie wiązań międzycząsteczkowych, co kompensuje pęknięcie łańcuchów.

W 358 678.023.679.5 25 — 10,54

Korda P.: **Nowoczesne metody produkcji i kontroli kauczuku i materiałów plastycznych.** „Méthodes modernes de production et de controle du caoutchouc et des matieres plastiques”. Rev. Gen. Caout. mies., t. 30, Nr 12, grudz. 53, s. 869; A4, 7 str., 10 fot. — Opisano najnowsze metody stosowane do niektórych procesów technologicznych jak mielenie, mielenie koloidalne, mieszanie pyłu, sporządzanie mieszanek z dozowaniem, wytłaczanie, kontrola itp.

W 359 678.044.66.094.382 25 — 10,54

Haeht A.: **Przyspieszanie i starzenie.** „Accélération et vieillissement”. Rev. Gen. Caout., mies., Nr 9, wrze. 53, s. 654; A4, 5,5 str., 2 wykr., 2 tabl., 4 poz. bibl. — Starzenie gumy zwulkanizowanej nie zawierającej antyutleniaczy zależy bezpośrednio od przyspieszacza zastosowanego do wulkanizacji. Po 28 dniach starzenia metodą Geer'a wulkanizat z merkaptobenzo-tiazolem traci 47% wytrzymałości na rozciąganie, a przy zastosowaniu dwufenyloguanidyny traci 87%. Artykuł omawia wpływ przyspieszacza na starzenie.

W 360 678.046.2:539 25 — 10,54

Societe Auxiliaire de l'Institut Français du Caoutchouc: **Metoda zmniejszenia przepuszczalności gumy zwulkanizowanej względem gazów.** „Procédé pour la réduction de la perméabilité aux gaz du caoutchouc vulcanisé”. Rev. Gen. Caout., mies., t. 30, Nr 5, maj 53, s. 364; A4, Patent francuski 1.018.848. — Metoda polega na dodaniu do kauczuku naturalnego surowego niewielkiej ilości proszku aluminowego lub proszku miki, względnie obu proszków. Miesza się i wulkanizuje z klasycznymi dodatkami. Proszek ma ziarna o grubości 10 mikronów. Przepuszczalność uzyskana jest 4 do 10-ciu razy mniejsza niż kauczuku naturalnego bez tych proszków. Jest ona zbliżona do przepuszczalności kauczuku butylowego. Mieszanki tak ulepszone nadają się do wyrobu dętek. Mają one lepszą odporność na zimno i na grzanie niż dętki z kauczuku butylowego.

W 361 678.149.6:552.577 25 — 10,54

Cavalieri M.: Patent niemiecki 878275 ogłosz. 1.6.1953 r.: **Otrzymywanie wyrobów kauczukowych o strukturze komórkowej.** „Herstellung von Kautschukartigen Erzeugnissen mit Zellstruktur”. Gummi u. Asb. r. 7, Nr 3, marz. 54, s. 134; A4. — Stosuje się torf jako środek wydymający. Mieszanke: 287 cz. wag. kauczuku, 154 cz. torfu, 28 cz. ZnO, 22 cz. zmiekczaczy oraz siarka i przyspieszacze umieszcza się w formie i ogrzewa do 140° (rozkład torfu); rozwinąć masę ogrzewa się krótko do ukończenia wulkanizacji w 140–150°. Torf pozostaje w mieszanke w spieczonej postaci jako napełniacz.

W 362 678.141.6:678.771.24—416:678.014 25 — 10,54
p. 678.43—416:678.762.2—134.622—416:678.01

Sandomirskij D., Gagina K. (Nauczno-issled. institut riezino-woj prom., Moskwa): **Tworzenie się błon kauczukowych z roztworów i dyspersji wodnych.** „Obrazowanie kauczukowych plonok iz rastworow i wodnych dispersij”. Kołloid. Ż., t. 15, Nr 6, list.—grudz. 53, s. 448; B5, 7 str., 3 wykr., 4 tabl., 13 poz. bibl. — Przedstawiono próby wyjaśnienia wpływu struktury błon kauczukowych na ich własności mechaniczne, skurcz i pęcznienie w parze wodnej. Badano błony z lateksu naturalnego („Rewerteks” i „Jateks”) i butadienostyrenowego („Igeteks” ES), oraz z roztworów odpowiednich kauczuków. Stwierdzono różnice w zachowaniu się błon, zależnie od metody ich otrzymywania. Podano wyjaśnienie różnic we własnościach błon kauczukowych, powstałych z roztworów i z lateksów, opierając się na obecności w tych ostatnich siatki substancji niekauczukowych.

W 363 679.57:532.77:532.712 25 — 10,54
p. 678.7.01

Cleverdon D., Laker D., Smith P. G. (The Distillers Co., Ltd., Epsom, Surrey, England): **Nieściłości przy pomiarze ciśnienia osmotycznego roztworów polimeru.** „Uncertainties in measurement of osmotic pressure of polymer solutions”. J. Polymer Scien., t. 11, Nr 3, wrześ. 53, s. 225; B5, 2 str., 3 wykr., 10 poz. bibl. — Przy użyciu dwóch różnych błon z polialkoholu winylowego i ze zhydrolizowanej nitrocelulozy otrzymano bardzo rozbieżne wyniki dla próbki polistyrenu. Wykazano, że nie jest to spowodowane przenikaniem polimeru o niskim ciężarze cząsteczkowym przez błony; prawdopodobnie, różnice zostały wywołane różnym składem chemicznym stosowanych błon. Podkreślono, że duży wpływ ilości polimerów o małym ciężarze cząsteczkowym na liczbowy przeciętny ciężar

żar cząsteczkowy. W obecnych obliczeniach uwzględniona została ta przyczyna i dokonano oznaczenia zawartości polimerów o małym c. cząstecz. w badanych próbkach.

W 364 679.577.2.06:621.822 25 — 10,54
p. 678.675.06

Zickel H.: **Poliamidy w budownictwie maszynowym.** „Polyamide im Maschinenbaum”. Kunststoffe, t. 43, Nr 12, grud. 53, s. 562; A4, 2,5 str., 1 tabl., 1 poz. bibl. — Po omówieniu własności fizyko-chemicznych poliamidów podano możliwości i przykłady stosowania poliamidów w technice — głównie w mechanice precyzyjnej do produkcji łożysk, niewielkich detali. Opisano ponadto formowanie poliamidów i podano parametry obróbki wiórowej.

Ł 365 677.46:677.47:667.162(088.8) 32 — 10,54

I. C. I. Ltd., Jackson J. R. F., Sagar H.: **Skład klejonki dla jedwabiu wiskozowego i przędzy z włókien syntetycznych.** „Sizing composition for rayon and synthetic fibre yarns”. Opis patentowy brytyjski Nr 687.407, 11.2.53. — Patent zaleca do klejenia jedwabiu wiskozowego, octanowego, terylenu i in. klejonkę o składzie: 385 cz. wosku parafinowego, 62 cz. kwasu stearynowego, 155 cz. kazeiny, 35 cz. borkasu, 23,5 cz. mocznika, 26 cz. 30% amoniaku i 1.140 cz. wody. Wytworzoną emulsję miesza się z 37½ cz. kazeiny, 8½ cz. boraksu, 5½ cz. mocznika i 160 cz. wody. Po rozcieńczeniu 4.400 cz. wody — mieszanina nadaje się do klejenia przędzy. (wg Brit. Ray. a. Silk J., t. 29, Nr 347, 1953, s. 80, 0,5 str.).

W 366 678.014:679.57:532.78 25 — 10,54
p. 678.01

Schuur G. (Rubber-Stichting, Delft, Holland): **Mechanizm krystalizacji wielkich polimerów.** „Mechanism of the crystallization of high polymers”. J. Polymer Scien., t. 11, Nr 5, list. 53, s. 385; B5, 13 str., 13 fot., 19 poz. bibl. — Zjawisko krystalizacji wielkich polimerów nie jest dotychczas całkowicie wyjaśnione. Główną trudnością jest wyjaśnienie, w jaki sposób tworzą się sferulity. Sprecyzowano pojęcie krystalitów. Opisano ich powstawanie podczas krystalizacji, zachowanie się obszarów bezpostaciowych, które podczas krystalizacji ulegają tak zwanej autoorientacji, oraz powstawanie sferulitów z krystalitów. Omówiono wpływ temperatury na przejście krystalitów w sferulity. Opracowany mechanizm krystalizacji pomaga między innymi w wyjaśnieniu szeregu faktów, zaobserwowanych w przypadku kauczuku naturalnego.

W 367 679.574.132.02:66.063.6 25 — 10,54
p. 678.746.22.031

Jurzenko A. I., Gusiakov W. P. (Lwowskiy mied. institut): **Wpływ elektrolitów fazy wodnej emulsji styrenu na dyspersję powstającego lateksu.** „Wlijanje elektrolitow wodnej fazy emulsji stirola na dispiernost' obrazujuszczischsia lateksow”. Kołloid. Ż., t. 16, Nr 1, stycz.—luty 54, s. 72; B5, 6,5 str., 5 wykr., 4 tabl., 6 poz. bibl. — Badano wpływ kwasów, zasad i soli zawartych w fazie wodnej polimerizowanego monomeru-styrenu na rozmiary powstających cząstek lateksu. Wykazano, że dyspersja lateksów, otrzymanych w środowisku kwaśnym i wobec inicjatora rozpuszczalnego w wodzie (K₂S₂O₈), jest znacznie mniejsza, niż w przypadku środowiska alkalicznego lub obojętnego. Natomiast wobec inicjatora rozpuszczalnego w fazie organicznej — nadtlenu benzoilu, zależność jest odwrotna. Stwierdzono istotny wpływ stężenia soli na rozmiary cząstek polistyrenu, przy czym ustalono, że dyspersja rośnie do stężenia soli ~ 0,05 n na skutek tworzenia nowych miceli, a przy większych stężeniach spada.

W 368 679.57.02:542.952.623:541.124 25 — 10,54
p. 678.7.02

Fiermor N. A., Piejznier A. B. (Nauczno-issled. institut sint. kauczuka im. Lebediewa, Leningrad): **Zagadnienie mechanizmu polimerizacji emulsyjnej. II. Obliczenie składu cząstek w roztworach oleinianów potasu i amonu.** „K woprosu o mekhanizmie emulsionnoj polimerizacii. II. Rasczot sostawa czastec w rastworach oleiatow kalja i ammonja”. Kołloid. Ż., t. 15, Nr 6, list.—grud. 53, s. 458; B5, 6 str., 6 tabl., 9 poz. bibl. — Przedstawiono obliczenia składu cząstek w 4%-wych roztworach oleinianów potasu i amonu. Zastosowano zmodyfikowaną metodę obliczeń, przyjmując że współczynnik stały w równaniu Mc Baina zmienia się zależnie od stężenia mydła, pH roztworu i innych warunków, określających stan równowagi cząsteczek w roztworze.

W 369 678.1:678.771.24:539.389.3 25 — 10,54
p. 678.43:678.762.2—134.662

Dogadkin B. A., Tarasowa Z. N. (Nauczno-issled. institut szinnoy prom.): **Struktury powstałe wskutek wulkanizacji i ich wpływ na odporność termiczną i zmęczenie gumy**. „Wulkanizacjonnyje struktury i ich wlijanje na termiczieskuju ustojcziwost i utomlenie rieziny”. Kołloid. Ž. t. 15, Nr 5, wrześ. — paźdź. 53, s. 347; B5, 14 str., 1 rys., 9 wykr., 7 tabl. 9 poz. bibl. — Badano zjawisko relaksacji naprężenia wulkanizatów, związane z rozpadem struktur, powstałych wskutek wulkanizacji. Zastosowano metodę termomechaniczną, opartą na badaniu w. w. w. atmosfery obojętnej gazu, w różnych temp. Obiektami badań były: techn. kauczuk naturalny i butadienostyrenowy (SKS-30), przygotowane 3-ma sposobami. Ustalono, że proces podlega równaniu $\sigma_t = \sigma_0 \cdot e^{-Kt}$, gdzie K — stała rozpadu kinetycznego struktur może być miarą termicznej odporności wulkanizatu. Oznaczano wiązanie poli- i dwusiarczkowe w różnych wulkanizatach. Stwierdzono, że trwałość termiczna wulkanizatów zależy od ogólnej i stosunkowej zawartości wiązań typu R₁-C-C-R₂, R₁-C-S-C-R₂, R₁-C-S-C-R₂ i R₁-CS_n-C-R₂. Wykazano, że stosunkowy udział poszczególnych struktur zależy od rodzaju kauczuku i charakteru grupy wulkanizującej. Omówiono skutki łączenia się rodników, powstających przy rozpadzie termicznym wulkanizatów, oraz przyczynę rewersji wulkanizacji. Ustalono związek między charakterem struktur powstałych wskutek wulkanizacji a odpornością wulkanizatów na wielokrotne odkształcenia.

W 370 679.576.21:620.193.22 25 — 10,54
p. 678.742.2:678.019.32

Biggs B. S., Hawkins W. L. (Bell Telephone Laboratories): **Oksydacyjne starzenie polietylenu**. „Oxidative aging of polyethylene”. Mod. Plastics, t. 31, Nr 1, wrześ. 53, s. 121, 126, 203; A4, 4 str., 3 fot., 5 wykr., 30 poz. bibl. — Zbadano szybkość i stopień destrukcji cząsteczek polietylenu pod wpływem tlenu powietrza, w różnych warunkach temperatury i naswietlania — z dodatkiem i bez antyutleniaczy. Omówiono mechanizm utleniania — jest to autokatalityczna rodnikowa reakcja łańcuchowa. Stwierdzono, że dla ochrony polietylenu przed starzeniem konieczny jest dodatek nie tylko substancji przerywających reakcję łańcuchową (inhibitorów), lecz również substancji niszczących działanie promieni ultrafioletowych.

W 371 678.1:678.771:620.179.4 25 — 10,54
p. 678.43:678.7

Wojuckij S. S., Starch B. W. (Centr. nauczno-issled. institut Kozżamientielej — Moskwa): **Autohejza wielkich polimerów. III. Wpływ ciężaru cząsteczkowego, kształtu cząsteczki i obecności w niej grup polarnych**. „Autogiejza wysokopolimierow. III. Wlijanje na autogiejzu wysokopolimierow molekularnowo wiesia, formy molekuly i naliczja w niej polarnych grupp”. Kołloid. Ž., t. 16, Nr 1, stycz.—luty 54, s. 3; B5, 7 str., 6 wykr., 2 tabl., 6 poz. bibl. — Badano wpływ rozmiarów i kształtu cząsteczki oraz rodzaju polimeru na jej autohejzę. Obiektami badań były: poliizobutyleny, polibutadieny (o różnej zawartości układów 1,4 i 1,2) kopolimery butadieno-nitrylowe (o różnej zawartości nitrylu) oraz różne wulkanizaty kauczuku naturalnego. Ustalono szereg wniosków co do zależności autohejzy i energii aktywacji od wpływu ciężaru cząsteczkowego, długości łańcucha, łańcuchów bocznych, struktur przestrzennych, oraz wpływów temperaturowych i in.

W 372 547.538.141.07:547.315.2.09:66.02:66.097.3 25 — 10,54

Komarewsky V. I., Reng J. C., Medin G. E. (Institut de Technologie de l'Etat Illinois, Etats Unis): **Produkcja styrenu z butadienu jako substancji wyjściowej**. „Production du styrene en partant du butadiene”. Chimie et Ind., t. 70, Nr 6, grud. 53, s. 1074; A4, 4 str., 2 rys., 3 tabl., 5 poz. bibl. — Otrzymywanie styrenu, będącego jednym ze składników syntetycznego kauczuku amerykańskiego CR-S, na drodze bimeryzacji butadienu i odwodornienia otrzymanego 4-winylo-cyklo-hekse-ny-1. Doświadczenia obejmowały etap bimeryzacji (omówiono wpływ ciśnienia, stosowane metody analityczne, aparaturę do procesu okresowego i ciągłego) i odwodornienia (podano stosowane katalizatory, aparaturę doświadczalną).

VII D. Półprodukty i barwniki

W 373 547.836.3/7:547.681 25 — 10,54

Braunholtz J. T., Mann F. G. (The University, Cambridge): **Otrzymywanie bis-2-cyanoetylowych pochodnych pierwszorzędowych amin aromatycznych i ich przekształcenie na 1,6-**

dwuketojulolidyny. Część II. „The preparation of bis-2-cyanoethyl derivatives of aromatic promary amines, and their conversion into 1,6-diketojulolidines. Part. II”. J. chem. Soc., czerw. 53, s. 1817; B5, 7,5 str. 2 tabl. 8 poz. bibl. — Badano reakcję cyanoetylowania: aniliny pod wpływem różnych nieorganicznych katalizatorów oraz różnych 1-rzęd. amin aromatycznych pod wpływem chlorku miedziowego. Pewne N,N-bis-2-cyanoetyloaryloaminy-2-cyanoetyloaryloaminy dają przy kondensacji 2,6-dwuketojulolidyny; inne dają tylko produkty monocyklizacji N-2-cyanoetylo-1,2,3,4-tetrahydro-4-ke-tochinoliny. p-Fenylenodwuamina łatwo ulega poczwórnemu cyanoetylowaniu. Produkt tej reakcji cyklizuje na oktahydro-1,10-dwuketofenantrolinę, która kondensuje się z hydrazyną, dając żółty heksahydrotetraazopiren. Jego monoetylojodek o mocnym, purpurowym zabarwieniu jest nowym typem barwnika cyjaninowego.

VII H. Środki lecznicze

W 374 615.778.542.942.6 25 — 10,54

Elphimoff-Felkin I., Felkin H., Welvart Z.: **Selektywna redukcja za pomocą wodoru litowo-glinowego. III. Nowa synteza chloromycetyny**. „Reductions selectives au moyen de l'hydru-re d'aluminium, et de lithium. III. Nouvelle synthese de la chloromycetine”. C. r., t. 234, Nr 18, kw. 52, s. 1789; A4, 2,5 str., 9 poz. bibl. — Wodorek litowo-glinowy wykazuje zdolność do redukcji selektywnej. Wykorzystano to, poddając działaniu LiH.AIH₃ trans 2-arylo- lub 4-alkilo-5-karbo-etoksy-p-nitrofenyloksazolinę i następnie hydrolizując otrzymane połączenia. Czynniki redukujący atakują tylko grupę estrową. Otrzymano N-acylo-treo-β-p-nitrofenyloserynole. Reakcja ta jest nową metodą otrzymywania racemicznej chloromycetyny. Opisano krótko część doświadczeń.

W 375 547.789:615.724.8 25 — 10,54

Mc Lamore W., Celmer W., Bogert V. i inni (Chas. Pfizer and Co., Inc., Brooklyn, N. Y.): **Budowa i synteza nowego antybiotyku tiazolidonowego**. „Structure and synthesis of a new thiazolidone antibiotic”. J. amer. chem. Soc., t. 75, Nr 1, stycz. 53, s. 105; A4, 4 str., 22 poz. bibl. Badano nowy antybiotyki, nazwany kwasem aktytiazowym, wytwarzany przez szczep Streptomyces i czynny in vitro przeciw Mycobacterium tuberculosis. Na podstawie odbudowy i syntezy wykazano, iż związek ten jest (—) 2-(karboksy-pentylo)-4-tiazolidynem. Oznaczono jego równoważnik miareczkując potencjometrycznie. Zbadano widma w podczerwieni i nadfiolecie.

W 376 615.785.:547.435—561.4.07 25 — 10,54

Tammelin L. E. (Univ. Stockholm): **Jodek sukcyńlocholiny (Celukuryna). Syntetyczny lek o działaniu kurary**. „Succinylcholine iodide (celosurin). A synthetic drug with a curare-like effect”. Acta chem. scand., t. 7, Nr 1, 53, s. 185; B5, 10,5 str., 5 wykr., 1 tabl., 21 poz. bibl. — Opisano metodę syntezy fenylosukcyńlocholiny. Badano fotometrycznie hydrolizę sukcyńlocholiny i fenylosukcyńlocholiny, stwierdzając katalityczny wpływ jodu kobry. Ustalono szereg zależności, wiążących parametry reakcji hydrolizy sukcyńlocholiny. Badano rozpad enzymatyczny sukcyńlocholiny jako funkcji stężenia substratu. Opisano modyfikację elektrometru do oznaczania aktywności esterazy, pozwalającego na znaczne zwiększenie częstotliwości odczytów.

VII J. Fermentacja, środki spożywcze

W 377 663.14 25 — 10,54

Nowa wytwórnia drożdży. „A new yeast factory”. Chem. Prod. chem. News, t. 16, Nr 9, wrześ. 53, s. 338; A4, 2,5 str., 4 fot. Opis nowozbudowanej wytwórni (produkcja 5—10000 ton rocznie) drożdży piekarskich, z omówieniem kolejnych etapów (surowce: melas oraz pożywki nieorganiczne, fermentacja, kontrola procesu fermentacji, rozdzielanie, składowanie, prasowanie i pakowanie). Podano niektóre wielkości, dotyczące zużycia powietrza, mocy potrzebnej do dmuchaw wody.

VIII. INŻYNIERIA CHEMICZNA

W 378 666.01 25 — 10,54

Cathala J. (Institut de Génie Chimique, Toulouse): **Podstawowe pojęcia inżynierii chemicznej**. „Fundamental concepts in chemical engineering.” Chem. Engng. Sci. (London), mies., t. 2, Nr 5, paźdź. 53, s. 193; B 5, 5,5 str., 3 tabl., 1 poz. bibl. Omówiono nielogiczność podziału procesów podstawowych inżynierii chemicznej na procesy podstawowe i operacje pod-

stawowe, gdyż obie te grupy oparte są na odmiennych przesłankach. Zaproponowano włączenie operacji podstawowych pod nazwą procesy wymiany chemicznej. Jednocześnie dotychczasowe procesy podstawowe podzielono na procesy jednostkowe mechaniczne i procesy wymiany fizycznej.

W 379 66.023:541.127:66.095.192:661.731.7 25 — 10,54

Leclerc V. R. (Institut du Génie Chimique, Toulouse): **Reaktor stopniowy — podstawowy aparat inżynierii chemicznej.** „Le réacteur étage- outil fondamental de Génie Chimique.” Chem. Engng. Sci., (London), mies., t. 2, Nr paźdź. 53, s. 213; B 5, 7 str., 3 rys., 1 tabl., 5 poz. bibl. — Metoda badań kinetyki reakcji w układzie jednorodnym za pomocą reaktora stopniowego i teorii Denbigh (nazwa angielska: continuous flow stirred tank reactor, w skrócie CFSTR). Omówiono zasady działania aparatu (kaskadowo umieszczone zbiorniki z mieszadłami, o stałej szybkości przepływu, o tej samej zawartości cieczy, o jednakowej i stałej temperaturze), sposób oznaczania stałych szybkości reakcji, projektowanie aparatury przemysłowej. Opisano model aparatu laboratoryjnego i porównano wyniki doświadczalne z wynikami innych autorów (zmydlenie octanu etylu).

W 380 66.08 25 — 10,54

Adolphi G.: **Zastosowanie metody fluidalnej.** „Die Anwendung des Fließstaubverfahrens.” Chem. Techn., t. 6, Nr 1, styc. 54, s. 6; A 4, 8 str., 8 rys., 9 wyk., 10 poz. bibl. — Opisano w skrócie możliwości zastosowania metody fluidalnej (metody złoża ruchomego). Wobec tego że główną zaletę metody stanowią korzystnie kształtujące się warunki przenikania ciepła, tę stronę metody omówiono obszerniej. W reakcjach czułych na temperaturę obciążenie powierzchni chłodzącej można zwiększyć 150-ciokrotnie w stosunku do złoża nieruchomego. Omówiono hydrodynamiczne warunki utrzymywania stanu fluidalnego (szybkość krytyczna przepływu, stężenie pyłu) z przytoczeniem równań i wykresów.

W 381 66.048.37 25 — 10,54

Chahvekilian E.: **Wydajność kolumn destylacyjnych i wpływ składu mieszaniny.** „Efficacité des colonnes a distiller: influence de la composition du mélange.” C.r., t. 236, Nr 12, marz. 53, s. 1273; A 4, 2 str., 1 wyk., 2 poz. bibl. — Podano metodę całkowania równania, uzależniającego proces destylacji od współczynników przenikania masy, dla układów dwuskładnikowych oraz postać końcową równania, umożliwiającego obliczenie wysokości kolumny, odpowiadającej półce teoretycznej. Równanie teoretyczne sprawdzono doświadczalnie w układzie benzen-czterochlorek węgla. Brak zgodności należy położyć na karb zmienności współczynników przenikania masy.

W 382 66.02:661.257:66.097 25 — 10,54

Calderbank P. H. (University of Toronto, Canada): **Projektowanie konwertora do reakcji kontaktowej.** „Contact-process converter design.” Chem. Engng. Progr. t. 49, Nr 11, list. 53, s. 585; A 4, 6 str., 5 wyk., 5 tabl., 9 poz. bibl. — Kinetykę reakcji kontaktowej otrzymywania SO_3 opracowano w postaci równania, umożliwiającego obliczenie szybkości utlenienia na gram katalizatora i sekundę w zależności od prężności cząstkowych SO_2 , SO_3 i O_2 . Na podstawie wyprowadzonego równania podano metodę obliczenia konwertora adiabatyicznego, wykazującą znaczną oszczędność wymiarów i ilości stosowanego katalizatora. Podano rozkład temperatur w reaktorze.

W 383 66.048.37 25 — 10,54

Heckmann C. J., Krell E. (Entwicklungslaboratorium der Heckmann-Apparate GmbH, Leipzig): **„Siodełka” jako wypełnienie aparatów do wymiany masy i ciepła w przeciwprądzie.** „Sattelkörper als Füllmaterial in Apparaten für Stoff- und Wärmeaustausch im Gegenstrom.” Chem. Techn., t. 5, Nr 12, grud., 53, s. 699; A 4, 6 str., 2 fot., 1 rys., 9 wyk., 4 tabl., 15 poz. bibl. — Procesy wymiany przeciwprądowej w przypadku cieczy, gazów, par i powietrza prowadzono dotąd w aparatach z wypełnieniem, używając głównie pierścieni Raschiga, jako elementów wypełnienia. Z prób, przeprowadzonych w tych samych warunkach z elementami cylindrycznymi z jednej strony i „siodełkami” tych samych rozmiarów — z drugiej, wy-

nika, że ze względu na korzystniejszą aerodynamiczną formę „siodełka” z wielu punktów widzenia, przewyższają znacznie pierścienie w procesie wymiany przeciwprądowej. Dotąd stosowano elementy siodełkowe głównie do procesów mycia, ponieważ nieznanne były wysokości równoważne dla większych wymiarów; jednakże ten rodzaj wypełnienia nadaje się specjalnie do rektyfikacji próżniowej oraz wszelkich procesów wymiany przeciwprądowej. Podano wysokości równoważne półce teoretycznej dla siodełek różnych wymiarów. Do pełnego zastosowania siodełek w skali technicznej potrzebne jest przeprowadzenie dalszych badań w kolumnach o średnicy 300 do 400 mm przy użyciu siodełek większych od 10 mm.

W 384 661.242.3:622.792.2:66.08 25 — 10,54

Anderson T. T., Bolduc R.: **Prażenie w fazie fluidalnej flotowanych rud cynkowych do produkcji kwasu kontaktowego.** „Fluos-Solids roasting of zinc concentrates for contact acid.” Chem. Engng. Progr. t. 49, Nr 10, paźdź. 53, s. 527; A 4, 6 str., 4 rys., 1 wyk., 1 tabl. — Zastosowano reaktor fluidyzacyjny pirytowy do prażenia flotowanego siarczku cynku. Na tle rozważań teoretycznych omówiono szereg problemów praktycznych (zasilanie reaktora, jego chłodzenie, kontrola procesu, centralizacja przyrządów pomiarowych). Podano niektóre liczby dot. procesu, prowadzonego od 1952 r. na skalę przemysłową (produkcja 14.000 ton kwasu 100% w ciągu pół roku).

 Biblioteka Politechniki Wrocławskiej
IX A. Aparatura laboratoryjna

W 385 553.94:536.413 25 — 10,54

Joumier E., Mellereux L.: **Dilatometr z mechaniczną rejestracją pomiarów do fizykotermicznego badania węgla.** „Dilatometre à enregistrement mécanique pour l'étude physicothermique des houilles.” C.r., t. 234, Nr 23, czerw. 52, s. 2277; A 4, 2 str., 1 rys., 3 wyk., 4 poz. bibl. — Opracowano model dilatometru do fizykotermicznego badania węgla z mechanicznym rejestrowaniem danych. Przyrząd odznacza się prostotą w obsłudze, zapewnią powtarzalność wyników przeprowadzonych w różnych warunkach. Podano rysunek aparatu oraz jego krótki opis.

Ł 386 679.57:539.4.019.1 32 — 10,54

Demischew G. L.: **Przyrząd do badania polimerów przy różnych częstotliwościach odkształceń.** „Pribor dla chastotnykh ispytaniy vysoko-polimierov.” Z. techn. Fiz., t. 24, Nr 2, 1954, s. 299; B 5, 8,5 str., 2 rys., 6 poz. bibl. — Podano konstrukcję przyrządu do wyznaczania modułu wytrzymałości oraz strat mechanicznych przy częstotliwościach 20 — 500 cykli/sek. w temperaturach -180° do $+200^{\circ}C$. Przyrząd umożliwia badanie polimerów w atmosferze różnych gazów przy danej deformacji statycznej. Omówiono podstawy teoretyczne metody.

W 387 542.1 25 — 10,54

Edwards J. A.: **Urządzenie laboratorium.** „Laboratory management.” Chem. Age, t. 68, Nr 1772, czerw. 53, s. 955; A 5, 4 str. — Podano wytyczne urządzenia i utrzymywania pomieszczeń laboratoryjnych, ze szczególnymi wskazówkami odnośnie instalacji stołów laboratoryjnych, ścieków, magazynów chemikali, klasyfikacji rodzajów chemikali, nastawiania rozтворów mianowanych i odczynników, regeneracji zlewek i ścisłego przestrzegania przepisów bezpieczeństwa i higieny pracy.

W 388 66.048.37 25 — 10,54

Junge G. (Leipzig): **Przyczynek do poznania celowego izolowania laboratoryjnych kolumn rektyfikacyjnych.** „Beitrag zur Kenntnis der zweckmässigen Isolierung von Laboratorium-Rektifizierkolonnen.” Chem. Techn., t. 6, Nr 1, styc. 54, s. 37; A 4, 1,5 str., 2 tabl. — Omówiono zagadnienie izolowania kolumn rektyfikacyjnych. Przytoczono wyniki badań przeprowadzonych z kolumnami laboratoryjnymi przy zastosowaniu jako izolacji próżni oraz warstwy waty szklanej. Rezultaty wykazują, że wata szklana (grubość warstwy 50 mm) nie tylko nie jest gorszą izolacją w tym przypadku, ale nawet przewyższa izolację próżniową.

Niniejszy Przegląd Dokumentacyjny zawiera jedynie część analiz dokumentacyjnych publikacji z zakresu chemii. Pełna dokumentacja ukazuje się w postaci **kart dokumentacyjnych** wydawanych przez Centralny Instytut Dokumentacji Naukowo-Technicznej (Warszawa — Al. Niepodległości 188). CIDNT przyjmuje prenumeratę kart dokumentacyjnych, która może obejmować zarówno całą dokumentację naukowo-techniczną, jak i oddzielne jej działy lub poszczególne zagadnienia i tematy techniczne. CIDNT wykonuje (za zwrotem kosztów) fotokopie i mikrofilmy publikacji objętych zarówno przeglądem dokumentacyjnym jak i kartami dokumentacyjnymi. Publikacje oznaczone przy kolejnym numerze przez „W” znajdują się w bibliotece Instytutów MPChem. Dział Dokumentacji — Warszawa, ul. Łączności 8, oznaczone przez „G” — w bibliotece Instytutu Chemii Nieorganicznej w Gliwicach, ul. Sowińskiego 11.

Państwowe Wydawnictwa Techniczne

Nowości Wydawnicze

- BIEGELEISEN-ŻELAZOWSKI B.: Metoda inż. Kowalowa jako wyższa forma współzawodnictwa. S. 64, zł 3.—
- CHMIELEWSKI H.: Logarytmiczny suwak rachunkowy. Wyd. 4. S. 48, zł 3.—
- CIESIELSKI W., PERLIŃSKI S.: Technika pomiarów warsztatowych. S. 352, zł 30.— (w oprawie).
- CZAJKOWSKI L.: Wskazówki dla obsługujących mieszarkę samoczynną. Seria „Będę fachowcem”. S. 44, zł 2.—
- DOBRACZYŃSKI A., PÓCHWAŁSKI J.: Technologia przetwórstwa tworzyw termoutwardzalnych. Część 1. S. 196, zł 13.— (w oprawie).
- DOBROWOLSKI J., ROTTENGRUBER J.: Polerowanie elektrolityczne. Biblioteka Ochrony Pracy. S. 48, zł 5.—
- DOBRZAŃSKI T.: Rysunek techniczny. Wyd. 5 uzup. S. 180, zł 12.—
- FUGLEWICZ R.: Chemia analityczna jakościowa. Wyd. 2 popraw. i uzup. S. 383, zł 16.— (w oprawie). Zatwierdzono do użytku szkolnego przez CUSZ.
- GIERASIMOW S. G., DUDNIKOW E. G., CZISTIAKOW S. F.: Automatyczna regulacja urządzeń kotłów parowych. Tłum. z ros. E. Augustyniak i W. Nałęcz-Gembicki. S. 562, zł 34.— (w oprawie).
- LISIAK S.: Gwintowanie ręczne. Seria „Będę fachowcem”. S. 44, zł 2.—
- MICHALAK W.: Regulacja napięcia w sieciach elektrycznych. S. 199, zł 12.—
- MUSZYŃSKI Z.: Części maszyn w świetle literatury patentowej. S. 59, zł 4.—
- Poradnik dla użytkowników i wytwórców narzędzi mierniczych. Praca zbiorowa. Wyd. 2 uzup. Biblioteka Metrologiczna Głównego Urzędu Miar. S. 511, zł 33.— (w oprawie).
- SIWICKI J.: Technologia paliwa i wody. S. 279, zł 12.— (w oprawie).
- SIWICKI J.: Związki chromu. Produkcja i zastosowanie. S. 76, zł 5.—
- SOBOLEWSKI J.: Niskotemperaturowe rozdzielanie gazów. S. 70, zł 5.—
- SZALEK R.: Świetłówki. Działanie — montaż — eksploatacja. S. 59, zł 3.50.
- SZUBERT W.: Zagadnienia prawne ochrony pracy. Biblioteka Wykładowcy BHP. S. 56, zł 3.—
- WAWRZYCZEK W., BOŻEK E., MASŁOWSKI P.: Ćwiczenia chemiczne z obliczeniami. S. 358, zł 16.— (w oprawie). Zatwierdzono do użytku szkolnego przez CUSZ.
- ZEMBRZUSKI J.: Atlas uzwojeń trójfazowych silników asynchronicznych. Wyd. 2. S. 134, zł 10.—

Do nabycia w księgarniach technicznych Domu Książki i u kolporterów zakładowych

Zarząd Główny Stowarzyszenia Naukowego Inżynierów i Techników Przemysłu Chemicznego w Polsce komunikuje, iż na podstawie umowy zawartej z Centralnym Zarządem Księgarstwa każdy członek Stowarzyszenia zrzeszonego w NOT za okazaniem legitymacji członkowskiej z opłaconymi bieżąco składkami może nabyć „Kalendarz Chemiczny” w 5 równych ratach płatnych co miesiąc.

Sprzedaży dokonują Domy Książki w miastach powiatowych i wojewódzkich wg zarządzenia Centralnego Zarządu Księgarstwa Nr 34/54 z dnia 26.VI.1954 r., uzupełnionego pismem z dnia 31.VIII. 54 r., znak: SU/O/II/54.

Terenowe Oddziały Stowarzyszeń zalecą Zakładowym Kołom przeprowadzenie akcji propagującej zakup „Kalendarza Chemicznego” oraz sporządzają listę zapotrzebowania w 2 egzemplarzach z imiennymi wykazami osób. Listę taką należy przesyłać do właściwego dla danego terenu Domu Książki, a kopię przekazać do Zarządu Głównego SNITPCChem za pośrednictwem Zarządu Oddziału.

Sekretarz Generalny
mgr inż. G. Gawecka

Warunki prenumeraty czasopism technicznych na rok 1955

Administracja Czasopism Technicznych Naczelnej Organizacji Technicznej,
Wydawnictwa Górniczo-Hutnicze, Wydawnictwa Komunikacyjne i Filmowa
Agencja Wydawnicza wprowadzają następujące warunki prenumeraty czasopism technicznych na rok 1955:

L. p.	Nazwa czasopisma	A b o n a m e n t					
		Opłata normalna			Opłata ulgowa		
		roczna	półroczna	kwartalna	roczna	półroczna	kwartalna
1	2	3	4	5	6	7	8

CZASOPISMA NAUKOWO-TECHNICZNE

1. Architektura	180,—	90,—	45,—	90,—	45,—	22,50
2. Budownictwo Przemysłowe	108,—	54,—	27,—	54,—	27,—	13,50
3. Cement, Wapno, Gips	54,—	27,—	13,50	36,—	18,—	9,—
4. Drogownictwo	72,—	36,—	18,—	36,—	18,—	9,—
5. Energetyka (dwumies.)	72,—	36,—	—	36,—	18,—	—
6. Energetyka Przemysłowa (Gospodarka Ciepła) (dwumies.)	48,—	24,—	—	24,—	12,—	—
7. Gazeta Cukrownicza	54,—	27,—	13,50	36,—	18,—	9,—
8. Gaz, Woda i Technika Sanitarna	72,—	36,—	18,—	36,—	18,—	9,—
9. Gospodarka Wodna	96,—	48,—	24,—	54,—	27,—	13,50
10. Hutnik	108,—	54,—	27,—	54,—	27,—	13,50
11. Inżyniera i Budownictwo	108,—	54,—	27,—	54,—	27,—	13,50
12. Materiały Budowlane	72,—	36,—	18,—	36,—	18,—	9,—
13. Nafta	72,—	36,—	18,—	36,—	18,—	9,—
14. Odzież	54,—	27,—	13,50	—	—	—
15. Ochrona Pracy	72,—	36,—	18,—	—	—	—
16. Poligrafika (dwumies.)	36,—	18,—	—	18,—	9,—	—
17. Przegląd Budowlany	108,—	54,—	27,—	54,—	27,—	13,50
18. Przegląd Elektrotechniczny	108,—	54,—	27,—	54,—	27,—	13,50
19. Przegląd Geodezyjny	72,—	36,—	18,—	36,—	18,—	9,—
20. Przegląd Górniczy	108,—	54,—	27,—	54,—	27,—	13,50
21. Przegląd Kolejowy	36,—	18,—	9,—	—	—	—
22. Przegląd Mechaniczny	108,—	54,—	27,—	54,—	27,—	13,50
23. Przegląd Odlewnictwa	72,—	36,—	18,—	36,—	18,—	9,—
24. Przegląd Papierniczy	60,—	30,—	15,—	36,—	18,—	9,—
25. Przegląd Skórzany	60,—	30,—	15,—	36,—	18,—	9,—
26. Przegląd Spawalnictwa	54,—	27,—	13,50	36,—	18,—	9,—
27. Przegląd Techniczny	108,—	54,—	27,—	54,—	27,—	13,50
28. Przegląd Telekomunikacyjny	72,—	36,—	18,—	36,—	18,—	9,—
29. Przemysł Chemiczny	108,—	54,—	27,—	54,—	27,—	13,50
30. Przemysł Drzewny	72,—	36,—	18,—	36,—	18,—	9,—
31. Przemysł Rolny i Spożywczy	90,—	45,—	22,50	54,—	27,—	13,50
32. Przemysł Włókienniczy	108,—	54,—	27,—	54,—	27,—	13,50
33. Szkło i Ceramika	54,—	27,—	13,50	36,—	18,—	9,—
34. Technika i Gospodarka Morska	72,—	36,—	18,—	—	—	—
35. Technika Lotnicza (dwumies.)	54,—	27,—	—	36,—	18,—	—
36. Technika Motoryzacyjna	72,—	36,—	18,—	36,—	18,—	9,—

CZASOPISMA POPULARNO-TECHNICZNE

37. Chemik	54,—	27,—	13,50	18,—	9,—	4,50
38. Gospodarka Łączności	54,—	27,—	13,50	—	—	—
39. Gospodarka Węglem	36,—	18,—	9,—	—	—	—
40. Horyzonty Techniki	36,—	18,—	9,—	—	—	—
41. Kinotechnik	36,—	18,—	9,—	—	—	—
42. Mechanik	108,—	54,—	27,—	36,—	18,—	9,—
43. Motoryzacja	60,—	30,—	15,—	18,—	9,—	4,50
44. Przegląd Kolejowy Drogowy	36,—	18,—	9,—	—	—	—
45. Przegląd Kolejowy Elektro-techniczny	36,—	18,—	9,—	—	—	—
46. Przegląd Kolejowy Mechaniczny	36,—	18,—	9,—	—	—	—
47. Przegląd Kolejowy Ruchowo-Handlowy	36,—	18,—	9,—	—	—	—
48. Radioamator	48,—	24,—	12,—	—	—	—
49. Technik Przemysłu Spożywczego	36,—	18,—	9,—	—	—	—
50. Transport	72,—	36,—	18,—	—	—	—
51. Wiadomości Elektrotechniczne	36,—	18,—	9,—	18,—	9,—	4,50
52. Wiadomości Telekomunikacyjne	36,—	18,—	9,—	18,—	9,—	4,50
53. Wiadomości Górnicze	54,—	27,—	13,50	18,—	9,—	4,50
54. Wiadomości Hutnicze	54,—	27,—	13,50	18,—	9,—	4,50
55. Włókiennictwo	36,—	18,—	9,—	—	—	—

Przy czasopismach: „Gospodarka Łączności“, „Odzież“, „Ochrona Pracy“, „Przegląd Kolejowy“, „Technika i Gospodarka Morska“, „Gospodarka Węglem“, „Horyzonty Techniki“, „Kinotechnik“, „Przegląd Kolejowy Drogowy“, „Przegląd Kolejowy Elektrotechniczny“, „Przegląd Kolejowy Mechaniczny“, „Przegląd Kolejowy Ruchowo-Handlowy“, „Radioamator“, „Technik Przemysłu Spożywczego“, „Transport“ i „Włókiennictwo“ — ze względu na niskie ceny obowiązuje tylko prenumerata normalna.

PRENUMERATA NORMALNA

Zgłoszenia na prenumeratę normalną na rok 1955 przyjmują urzędy pocztowe oraz listonosze miejscy i wiejszy. Ponadto można zamawiać prenumeratę normalną przez wpłacanie należności na odpowiednie konto przekazem PKO.

PRENUMERATA ULGOWA

A. CZASOPISMA NAUKOWO-TECHNICZNE

Z prenumeraty ulgowej czasopism naukowo-technicznych na rok 1955 korzystać mogą jedynie:

- 1) członkowie stowarzyszeń naukowo-technicznych zrzeszonych w NOT,
- 2) członkowie Klubów Techniki i Racjonalizacji,
- 3) studenci szkół wyższych.

B. CZASOPISMA POPULARNO-TECHNICZNE

Z prenumeraty ulgowej czasopism popularno-technicznych na rok 1955 korzystać mogą:

- 1) członkowie stowarzyszeń naukowo-technicznych,
- 2) członkowie Klubów Techniki i Racjonalizacji,
- 3) studenci szkół wyższych,
- 4) uczniowie szkół zawodowych.

Sposób zamawiania prenumeraty ulgowej

Zamówienia na prenumeratę ulgową powinny być sporządzane zbiorowo, imienne, z podaniem dokładnego adresu oraz okresu prenumeraty, na każdy tytuł oddzielnie.

Zamówienia te, łącznie z należnością, przyjmować będą koła zakładowe, a od członków niezrzeszonych w kołach — oddziały stowarzyszeń naukowo-technicznych, przekazując je w odpowiednich terminach bezpośrednio do PPK „Ruch” w Warszawie, Stalinoogrodzie lub Łodzi, w zależności od miejsca wychodzenia czasopisma.

Analogiczny tryb postępowania obowiązuje studentów i uczniów szkół zawodowych z tym, iż na uczelniach prenumeratę przyjmować będą koła naukowe uczelni, a w szkołach zawodowych — dyrekcja szkoły.

Terminy składania zgłoszeń na prenumeratę ulgową

Nieprzekraczalny termin przekazania zamówień i należności do PPK „Ruch” na I kwartał 1955 r. przez koła zakładowe, oddziały stowarzyszeń naukowo-technicznych, koła naukowe uczelni i dyrekcje szkół — upływa 1 grudnia 1954 r. (obowiązuje data stempla pocztowego).

Zamówienia na następne kwartały 1955 r. należy zgłaszać w terminach:

II kwartał — do 1 marca 1955 r.

III kwartał — do 1 czerwca 1955 r.

IV kwartał — do 1 września 1955 r.

Należność za wszystkie rodzaje prenumerat wpłacać należy na następujące konta:

dla czasopism: poz. 1, 2, 4, 6, 7, 8, 9, 11, 12, 15, 16, 17, 18, 19, 21, 22, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 33, 34, 35, 36, 38, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52

PPK „Ruch”, Warszawa, Centralna Ekspedycja, Srebrna 12, konto PKO Nr I-110/14000

dla czasopism: poz. 14, 24, 25, 32, 55

Oddział PPK „Ruch” w Łodzi, konto PKO Nr VII-579/110.

dla czasopism: poz. 3, 5, 10, 13, 20, 23, 37, 39, 53, 54
Oddział PPK „Ruch”, Stalinoogrod, konto PKO Nr III-17763/110.

UWAGA: Przy zamawianiu prenumeraty czasopism technicznych prosimy podawać dokładnie: nazwisko, adres, okres prenumeraty oraz tytuł czasopisma.