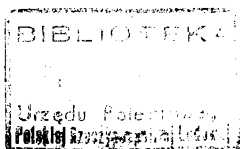


15 lipca 1924 r.

URZĄD PATENTOWY



Cofc 37/20

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

№ 93.

Kl. 12 q 20.

Dr. Fritz Pollak G. m. b. H.,
Berlin (Niemcy).

**Sposób wytwarzania produktów kondensacyjnych jasnego koloru, odpornych
na działanie światła i powietrza, z fenolów i aldehydów.**

Zgłoszono: 10 grudnia 1919 r.

Udzielono: 9 maja 1924 r.

Pierwszeństwo: 25 października 1913 r. (Niemcy).

Wiadomo, że można wytworzyć jasno zabarwione produkty kondensacji z fenolów i aldehydów, jeśli wyrabia się je przy pomocy możliwie małych ilości kwaśno lub zasadowo reagujących środków kontaktowych. Do wytwarzania trwałych na światło i powietrze produktów kondensacji, podług powyższej metody, wymagane są trzy zasadnicze warunki:

1. Wytwarzanie rozpuszczalnych produktów pośrednich przy użyciu możliwie małych ilości kwaśno lub zasadowo reagujących środków kontaktowych.

2. Usunięcie fenolu zawartego w masie reakcyjnej przez wielokrotne wstrząsanie z większymi ilościami wody przy temperaturach poniżej 40°.

3. Traktowanie mas o charakterze mydeł, przygotowanych w warunkach

powyższych, obojętnymi wodnymi roztworami odpowiednich środków obojętnych, które potem znowu się usuwa.

Jako odpowiednie środki okazały się takie ciała, które mimo rozcieńczenia większymi ilościami wody działają na fenole rozpuszczająco lub utleniająco. W tym celu użyć można alkoholi, dających się mieszać z dowolnymi ilościami wody, eterów, estrów, ketonów i aldehydów, wody utlenionej, uwodornionych fenoli, cukrów i t. p. Ciała te w roztworze wodnym rozcieńczonym działają przy zwykłej temperaturze na produkty pośrednie, uprzednio przez wielokrotne wytrząsanie z wodą uwolnione od większej ilości fenolu, poczem usuwa się je znowu możliwie dokładnie przez parokrotne wytrząsanie z wodą. Pozostałą masę można w sposób znany —

ewentualnie dodając nowe ilości aldehydu—przeprowadzić w nierozpuszczalny produkt końcowy.

Niejednokrotnie jest celowem użycie kilku wymienionych środków jednych po drugich.

Przykład I. 100 części wagowych krystalicznego kwasu karbolowego i 80 części wagowych aldehydu mrówkowego (40%) ogrzewa się wraz z 0.2 częściami wagowymi fenolanu sodowego pod chłodnicą zwrotną, aż produkt kondensacyjny wypadnie. Wtedy warstwę żywicową odzielamy od pływającej na niej warstwy roztworu wodnego i przemywamy wielokrotnie każdorazowo 100 częściami wagowymi wody. Otrzymaną masę o charakterze mydła przemywamy wtedy roztworem 10 części wagowych alkoholu metylowego w 100 częściach wagowych wody, a potem płuczemy wielokrotnie większymi ilościami zimnej wody. Pozostałość uwalniamy od ostatnich śladów wolnego fenolu przez dystylację w próżni i dla otrzymania nierozpuszczalnego produktu końcowego napełniamy nią foremki i hartujemy w piecu przy temperaturze 95 — 120°C. Otrzymany produkt jest barwy jasno-żółtej, przezroczysty i bardzo dobrze odporny na światło i powietrze.

Przykład II. Jeżeli użyjemy zamiast przytoczonego w przykładzie I alkoholu metylowego równej ilości 3%-owej wody utlenionej, wtedy otrzymany produkt jest nieco ciemniejszy i posiada prawie doskonałą odporność wobec działań światła i powietrza.

Przykład III. 94 części wagowe krystalicznego kwasu karbolowego podgrzewamy w łaźni olejowej posiadającej temperaturę 90°—85°C. Do tego dodajemy 15 części wagowych α —polyoksymetylenu w mialkim proszku i dolewamy tyle $\frac{1}{5}$ normalnego kwasu siarkowego aż masa ulega reakcji eksotermicznej i polyoksymetylen się rozpuszcza. Wtedy dodajemy dalszych

5 części wagowych α —polyoksymetylenu i dalej kroplami $\frac{1}{5}$ normalnego kwasu siarkowego aż się reakcja zakończy. Wtedy sączymy i po ostudzeniu myjemy masę każdorazowo 100 cm³ wody kilkakrotnie na zimno, potem wytrząsamy ją ze 100 częściami wagowymi 0,3%-owej wody utlenionej, pozostawiamy ewentualnie na parę godzin do odstania, a potem usuwamy środek utleniający przez parokrotne wymycie wodą. W ten sposób otrzymany produkt przejściowy można przy dodaniu większej ilości aldehydu mrówkowego przemienić na nierozpuszczalny i w zupełności na światło i powietrze wytrzymały produkt końcowy.

Produkty, otrzymane tym sposobem nie zatrącają swojej odporności wobec światła i wtedy, jeśli się je po ukończeniu procesu płukania zada słabo działającymi środkami kontaktowymi, co może być pożądanem dla przyspieszenia hartowania lub w celu otrzymania materiału mętnego.

Powyższa metoda pracy różni się od sposobu opisanego w pat. niemieckim 217560, przy użyciu rozcieńczonego środka utleniającego, jak wody utlenionej, tem, że, skutkiem zastosowania tego ostatniego w roztworze obojętnym, następuje znacznie mniejsze zabarwienie produktów przejściowych. Zaś od sposobu podanego w pat. niemieckim 233395 różni się powyższa metoda pracy tem, że nie następuje tutaj żadne rozpuszczanie produktu przejściowego w środkach użytych do przemywania, i że przemywanie środkiem nowym uskutecznia się dopiero po dokładnem wymyciu zimną wodą, i to wobec takich produktów przejściowych, które, skutkiem swego powstania pod działaniem bardzo małych ilości środków kontaktowych, z góry już zawierają małe ilości nietrwałych na światło składników. Wyniki tutaj osiągnięte są zatem znacznie wyższe aniżeli przy taimtych sposobach.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania produktów kondensacyjnych, nierozpuszczalnych, odpornych na światło i powietrze, jasnego koloru, z fenolów i aldehydów, tem znamieny, że otrzymane w sposób znany, z możliwie małą ilością środków kontaktowych, rozpuszczalne przejściowe produkty kondensacji, po wielokrotnem wy-

trząsaniu z wodą o poniżej 40°C , zadaje się rozcieńczonemi wodnemi roztworami takich ciał, które działają na fenole rozpuszczająco lub utleniająco, poczem nierozpuszczalne produkty końcowe otrzymuje się po usunięciu ostatnich śladów powyższych rozpuszczalników przez przemycanie zimną wodą, w sposób dotychczas praktykowany.
