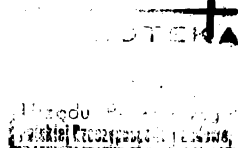


Warszawa, 25 maja 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



Cofc 149/12



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 22916.

Kl. 12 o, 23/03.

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

Sposób wytwarzania produktów kondensacji.

Zgłoszono 18 października 1934 r.

Udzielono 10 marca 1936 r.

Pierwszeństwo: 21 października 1933 r. (Niemcy).

Wykryto, że otrzymuje się cenne produkty, skoro niskocząsteczkowe alifatyczne alkohole lub etery, zawierające co najmniej dwa atomy chlorowca przy różnych atomach węgla lub, jeżeli grupa eterowa zawiera wiązanie etylenotlenkowe, co najmniej jeden atom chlorowca, lub mieszaniny tych alkoholów, eterów lub alkoholów i eterów doprowadzi się do reakcji podwójnej wymiany z wielosiarczkami. Jako wielosiarczki wchodzi w grę dwu-, trój-, cztero- i inne wielosiarczki, zwłaszcza potasowców, wapniowców i amonu. Reakcję można prowadzić w obecności rozpuszczalnika, np. w środowisku wodnym. Zmieniając warunki reakcji, zwłaszcza temperaturę, nadaje się produktom ostatecznym charakter bądź ciał lepkich, bądź plastycznych lub twardych. Przebieg

reakcji można zmieniać również za pomocą dodatków, np. jodku potasowca lub zasady organicznej. Wielosiarczek w większości przypadków stosuje się co najmniej w ilości stechiometrycznej.

Jako materiały wyjściowe wchodzi w grę np.: epichlorohydryna, dwuchlorohydryna, chlorowcopochodne dwugliceryny lub wielogliceryny, eter dwuchlorometylowy, eter β - β' -dwuchloroetylowy, eter α - β -dwuchloroetylowy, eter β - β' -dwuchloropropylowy i t. d.

Produkty, otrzymywane według wynalazku, mogą być poddawane odpowiedniemu traktowaniu dodatkowemu, np. ogrzewaniu w temperaturach wyższych, bądź same, bądź zmieszane z odpowiednimi ciałami. Otrzymywane produkty odznaczają się prawie zupełną bezwonnością.

Przykład I. W roztworze 480 części wagowych siarczku sodowego ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) w 240 częściach wagowych wody rozpuszcza się, ogrzewając, 64 części wagowe siarki. Do tego roztworu Na_2S_2 wlewa się, mieszając, w temperaturze 80° — 100° 140 części wagowych eteru β - β' -dwuchloroetylowego. W celu ukończenia reakcji ogrzewa się w ciągu 6 godzin. Nieznaczna ilość niezmiennego eteru dwuchloroetylowego i lotne produkty reakcji usuwa się zapomocą pary wodnej. Otrzymuje się jasnozabarwioną miękka, nieco klejącą się masę w rodzaju wosku.

Przykład II. W roztworze 480 części wagowych siarczku sodowego ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) w 240 częściach wody rozpuszcza się, ogrzewając, 128 części wagowych siarki. Do tego roztworu dodaje się, mieszając, w temperaturze 80° — 100° 140 części wagowych eteru β - β' -dwuchloroetylowego i ogrzewa w ciągu 8 godzin. Ślady niezmiennego eteru i lotne substancje usuwa się zapomocą pary wodnej i otrzymuje się 120 części wagowych jasnozabarwionej miękkiej, nieklejącej się masy plastycznej.

Przykład III. W roztworze 960 części wagowych siarczku sodowego ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) w 480 częściach wagowych wody rozpuszcza się, ogrzewając, 384 części wagowe siarki. Roztwór ten zadaje się w temperaturze, bliskiej temperaturze wrzenia, mieszając, 284 częściami wagowymi eteru β - β' -dwuchloroetylowego i ogrzewa w ciągu 6 — 9 godzin. Po przepuszczeniu pary wodnej otrzymuje się 320 części wagowych jasnozabarwionej, gęstej masy plastycznej, podobnej do kauczuku.

Przykład IV. 500 części wagowych siarczku sodowego i 250 części wagowych siarki stapia się, dodając około 80 części wagowych alkoholu, na łaźni wodnej, wprowadzając wodór. Otrzymany jasny stop rozcieńcza się 240 częściami wagowymi wody. Do otrzymanego roztworu, za-

wierającego Na_2S_4 i Na_2S_5 , dodaje się, mieszając, w temperaturze 80° — 100° 140 części wagowych eteru β - β' -dwuchloroetylowego i ogrzewa w ciągu 6 — 8 godzin. Po przepuszczeniu pary wodnej otrzymuje się 230 części wagowych jasnozabarwionej, gęstej elastycznej masy, podobnej do kauczuku.

Przykład V. W roztworze 120 części wagowych siarczku sodowego ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) w 60 częściach wagowych wody rozpuszcza się, ogrzewając, 48 części wagowych siarki. Do tego roztworu dodaje się, mieszając, w temperaturze około 70° — 80° 70 części wagowych eteru α - β -dwuchloroetylowego i ogrzewa w ciągu 4 godzin. Po przepuszczeniu pary wodnej otrzymuje się 80 części wagowych ciemnozabarwionej, dość twardej masy w rodzaju ebonitu.

Przykład VI. W roztworze 960 części wagowych siarczku sodowego ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) w 480 częściach wagowych wody rozpuszcza się, ogrzewając, 384 części wagowe siarki. Do otrzymanego roztworu Na_2S_4 dodaje się, mieszając, w temperaturze 80° — 100° 230 części wagowych asymetrycznego eteru dwuchlorometyloвого i ogrzewa w ciągu 6 — 8 godzin. Po obrobieniu parą wodną otrzymuje się 185 części wagowych żółto-zabarwionej masy, która na zimno jest twarda, na ciepło jest jednak miękka i plastyczna.

Przykład VII. 210 części wagowych masy, otrzymanej według przykładu III, ogrzewa się w ciągu 4 godzin pod ciśnieniem 15 mm w temperaturze 170° — 175° . Otrzymuje się ciemnozabarwioną elastyczną masę w rodzaju brunatnej faktysy.

Przykład VIII. 210 części wagowych masy, otrzymanej według przykładu III, miesza się na walcach z 4 częściami wagowymi tlenu cynkowego, 1 częścią wagową dwusiarczku czterometylo-tiuramowego i 10 częściami wagowymi siarki i ogrzewa w ciągu godziny w temperaturze

około 150°; otrzymuje się plastyczną masę w rodzaju miękkiej gumy.

Przykład IX. 48 części wagowych krystalicznego siarczku sodowego rozpuszcza się z 19,2 części wagowych siarki w 48 częściach wagowych gorącej wody. Do przesączonego roztworu, ochłodzonego do 30°C, dodaje się powoli, mieszając 12,9 części wagowych dwuchlorohydryny-gliceryny. Po krótkim czasie reakcja się rozpoczyna z podniesieniem temperatury. Temperaturę utrzymuje się poniżej 70°C. Po ochłodzeniu produkt reakcji ugniata się z wodą. Otrzymuje się żółtawą, bezwoną i nierozpuszczalną masę plastyczną.

Przykład X. 12 części wagowych krystalicznego siarczku sodowego rozpuszcza się z 4,8 części wagowych siarki w 12 częściach wagowych wody. Do roztworu tego, mieszając, wlewa się powoli w temperaturze pokojowej 4,6 części wagowych epichlorohydryny, przyczem następuje ener-

giczne wydzielanie się ciepła. Tworzy się miękka, jasnożółta, bezwonna masa plastyczna.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania produktów kondensacji, znamienny tem, że niskocząsteczkowe alifatyczne alkohole lub etery, zawierające co najmniej dwa atomy chlorowca przy różnych atomach węgla lub, jeżeli grupa eterowa zawiera wiązanie etyleno-tlenkowe, co najmniej jeden atom chlorowca, albo mieszaniny takich ciał doprowadza się do reakcji z roztworem wielosiarczku.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.