

1399/90

KÖZZÉTÉTELI  
PÉLDÁNY

53857-

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES PIC, London, Nagy-Britannia

ELJÁRÁS 1,2,3-TRIHIDROXI-BENZOL ALDEHIDEKKEL KÉPEZETT KONDEN-  
ZÁTUMAINAK ELŐÁLLÍTÁSÁRA ÉS A KONDENZÁTUMO-  
KIAT TARTALMAZÓ KORÖZÖDŐGÁTÓ KOMPÓZÍCIÓK

A bejelentés napja: 1990. 03. 14. 12.

Elsőbbsége: 1989. 03. 16. (89 06031.3) Nagy-Britannia

K i v o n a t

A találmány tárgya eljárás az (I) általános képle-  
tű vegyületek előállítására - a képletben R ~~1-24~~ szénatomos,  
adott esetben szubsztituált szénhidrogéncsoportot és n egész  
számot jelent - oly módon, hogy 1,2,3-trihidroxi-benzolt a meg-  
felelő aldehiddel reagáltatnak.

A találmány továbbá az (I) általános képletű vegyü-  
leteket tartalmazó kompozíciókra vonatkozik.

kerd

158/811

1399/90

**KÖZZÉTÉTELI  
PÉLDÁNY**

01071

-53857-

**Képviselő:**

**BUDAPESTI 14. SZ. ÜGYVÉDI MUNKAKÖZÖSSÉG**

**Dr.Tóth-Urbán László és Dr.Jalsovszky Györgyné ügyvédek**

NK 01

CO7C 39/10

158/811

ELJÁRÁS 1,2,3-TRIHIDROXI-BENZOL ALDEHIDEKKEL KÉPEZETT KONDENZÁTUMAINAK ELŐÁLLÍTÁSÁRA ÉS A KONDENZÁTUMOKAT TARTALMAZÓ KORROZIÓGÁTLÓ KOMPOZÍCIÓK

**IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES PIC, London, Nagy-Britannia**

**Feltalálók:**

**HOLMES Jeremy Mark, Prestwich,**

**TASKER Peter Anthony, Dobeross,**

**Nagy-Britannia**

A bejelentés napja: 1990. 03. 14. 12.

Előbbsége: 1989. 03. 16. (89 06031.3)

**Nagy-Britannia**

A találmány tárgya eljárás makrociklusos vegyületek előállítására. A találmány továbbá az így előállított vegyületek felhasználására vonatkozik felületaktív sajátságokat igénylő alkalmazási területeken.

A felületaktív sajátságokkal rendelkező vegyületek jel-

lényesen hidrofil szegmensből és hidrofób szegmensből állnak. Az ilyen típusú vegyületek jól ismertek, és ezeket széles körben alkalmazzák detergens kompozíciókban. A felületaktív sajátosságokkal rendelkező vegyületek más alkalmazási területeken, például olaj- és kenőanyag-adalékokként vagy felületbevonó kompozíciók komponenseként is felhasználhatók. A jelenleg ismert felületaktív anyagok felhasználhatósági köre azonban rendszert korlátozott, és szükség van olyan anyagokra, amelyek szélesebb körben hasznosíthatók, illetve amelyek egy adott felhasználási területen az ismertekénél kedvezőbb sajátosságokkal rendelkeznek.

A találmány szerint (I) általános képletű vegyületeket állítunk elő - a képletben R 1-24 szénatomos, adott esetben szubsztituált szénhidrogéncsoportot és n egész számot jelent.

Az (I) általános képletű vegyületekben R arilcsoport vagy aril-részt tartalmazó szénhidrogéncsoport is lehet, előnyösebbek azonban azok az (I) általános képletű vegyületek, amelyekben az R csoport alkilcsoportot jelent, vagy alkilcsoportot tartalmaz. Az R csoport telítetlen is lehet (ilyenek az alkén- és alkin-származékok), és egynél több telítetlen kötést is tartalmazhat. Az R csoporthoz szubsztituensként például hidrokarboxi-, acil-, acil-oxi- (szax észter-) vagy nitrilcsoport vagy halogénatom kapcsolódhat (ilyen például a trifluor-metil-csoport). R előnyösen szubsztituátlan alkilcsoportot jelent. Az R csoport az alkilláncban előnyösen legalább 4, célszerűen legalább 6 szénatomot tartalmaz. Az R csoport szénatomszámának felső határa előnyösen 20, célszerűen 14 lehet. Különösen előnyösek azok az (I) általános képletű vegyületek, amelyekben az R csoport legalább 7 szénatomot tartalmaz.

Az (I) általános képletű vegyületekben n értéke jel-

lemzően legalább 3, előnyösen 4 lehet.

A találmány szerint előállított vegyületek kristályosoknak röntgendiffrakciós vizsgálata szerint a benzolgyűrűhöz kapcsolódó valamennyi hidroxilcsoport azonos irányban helyezkedik el, és a molekula azonos oldalán található, míg valamennyi R csoport a hidroxilcsoportokétól eltérő azonos irányban helyezkedik el.

Az R helyén hexilcsoportot tartalmazó (I) általános képletű vegyület - amelyben n értéke 4 - röntgendiffrakciós vizsgálattal meghatározott szerkezetét a csatolt rajzokon szemléltetjük. Az 1. ábra a szerkezetet a hidroxilcsoportok elhelyezkedésének irányában felülnézetben szemlélteti, míg a 2. ábra a belső negy gyűrű síkja fölötti oldalnézetben mutatja be a szerkezetet.

A találmány szerint előállított vegyületek jellemzően pasztellszinű szilárd anyagok. A vegyületek kristályos anyagokként is előállíthatók, amelyek kristályszerkezetét röntgendiffrakcióval vizsgálható. A vegyületeket azonban rendszerint amorf anyagokként vagy csekély kristályosságú anyagokként kapjuk.

A találmány szerint előállított vegyületek oldhatósági jellemzőit elsősorban az R csoport jellege szabja meg. Az R csoport szénatomszámának növekedésével nő a vegyület nem-poláros oldószerekben való oldhatósága, és ezzel egyidejűleg csökken a poláros oldószerekben való oldhatóság. Az R csoport méretétől függően az (I) általános képletű vegyületek oldószere például metanol, etanol, aceton, kloroform, toluol és hexán lehet; a nagyméretű (azaz legalább 6 szénatomos) R csoportot tartalmazó (I) általános képletű vegyületek oldószereiként különösen jól használhatók a szénhidrogén oldószerek, így az alifás szénhidrogén oldószerek, például hexán.

Az (I) általános képletű vegyületeket úgy állíthatjuk elő kristályos anyagokként, hogy a vegyület etanolos oldatát lassu ütemben bepároljuk. A bepárlást például szobahőmérsékleten (körülbelül 20°C-on) és atmoszferikus nyomáson legalább 3 napig végezzük. A kristályos anyagot a termék röntgendiffrakciós azonosítására használhatjuk. A terméket infravörös abszorpciós spektrum, proton vagy  $^{13}\text{C}$  NMR spektrum vagy tömegspektrum alapján is azonosíthatjuk. Az előállított vegyületek spektrumai elátmesztják az (I) képletben bemutatott szerkezetet.

Az (I) általános képletű vegyületeket 1,2,3-trihidroxibenzol és a megfelelő aldehid reakciójával állíthatjuk elő.

Az 1,2,3-trihidroxibenzolt sav jelenlétében reagáltatjuk a megfelelő R-CHO általános képletű aldehiddel - a képletben R jelentése a fenti.

A reakciót előnyösen olyan folyadék jelenlétében végezzük, amely legalább az egyik reagenst (előnyösen mindkét reagenst) oldja. Reakcióközegként előnyösen a terméket nem oldó folyadékot használunk. Reakcióközegként előnyösen használhatunk alkanolokat, például etanolt.

A reakciót előnyösen megnövelt hőmérsékleten végezzük. A reakció hőmérséklete például 30-120°C lehet. A reakciót előnyösen a reakcióközegként felhasznált, legalább az egyik reagenst oldó folyadék visszafolytatási hőmérsékletén végezzük. Ha reakcióközegként etanolt használunk, a reakcióelegy visszafolytatási hőmérsékletén a reagensek és a sav koncentrációjától függően körülbelül 78°C.

Az 1,2,3-trihidroxibenzolt rendszerint lényegében sztöchiometrikus mennyiségű aldehiddel reagáltatjuk. 1 mól aldehidre vonatkoztatva általában 0,9-1,1 mól 1,2,3-trihidroxibenzolt használunk.

A reakcióban savként előnyösen erős szervetlen savakat használunk. Oxidáló savakat azonban nem alkalmazhatunk; így savként előnyösen például hidrogén-halogenideket, így sósavat használhatunk. A savat előnyösen tömény oldatban adjuk a reakcióelegyhez; a reakcióelegyhez például legalább 30 tömeg %, előnyösen legalább 35 tömeg % sósvat tartalmazó tömény sósavoldatot adhatunk.

1 mól 1,2,3-trihidroxi-benzolra vonatkoztatva rendszerint legalább 0,1 mól savat használunk. Tapasztalataink szerint a sav mennyiségének növelésével csökken a reakcióidő és nő a termék hozama. Ennek megfelelően 1 mól 1,2,3-trihidroxi-benzolra vonatkoztatva előnyösen legalább 0,25 mól, célszerűen legalább 1,0 mól savat adunk a reakcióelegyhez. Jó eredményeket érhetünk el, ha 1 mól 1,2,3-trihidroxi-benzolra vonatkoztatva 2,5 mól savat használunk. A savat nagyobb mennyiségben is alkalmazhatjuk, a túl nagy savfőlösleg használatából azonban már nem származnak jelentős előnyök. Ennek megfelelően a sav mennyiségének felső határa 1 mól 1,2,3-trihidroxi-benzolra vonatkoztatva 10 mól lehet.

A reakcióidő a reakciósebességtől függően változik, a reakciósebesség pedig a sav és az 1,2,3-trihidroxi-benzol mólarányának változtatásával befolyásolható. A reakció rendszerint 1 percen - 10 órán belül, jellemzően 10 percen - 5 órán belül lezajlik. A reakcióidő például 1 óra lehet.

Tapasztalataink szerint az (I) általános képletű vegyületek hozama a felhasznált aldehid jellegétől - azaz az R csoporttól - függően változik. A legfőljebb 4 szénatomos R csoportot tartalmazó (I) általános képletű vegyületeket a nagyobb szénatomszámú származékoknál általában jobb hozammal állíthatjuk elő.

A találmány szerinti eljárásban előnyösen olyan R-CHO általános képletű aldehideket használunk, amelyekben az R csoport 6-nál több szénatomot tartalmaz.

A reakciót például úgy végezhetjük, hogy a reakcióelegyet 1 perc - 10 óra időtartamig, rendszerint 10 perc - 5 óra időtartamig, például körülbelül 1 órán át megnövelt hőmérsékleten keverjük. A megnövelt hőmérsékleten végzett reakció során kevés szilárd termék kiválhat. A reakcióelegyet 0-10°C-ra hűtve az elegyből jelentős mennyiségű szilárd anyag válik ki. A kivált szilárd anyagot szűréssel különíthetjük el, és a reakcióközegként használt oldószerrel moshatjuk. Kivánt esetben további terméket különíthetünk el kristályos formában a reakcióelegyből úgy, hogy a reakcióelegy maradékából a folyékony közeget lassan elpárologtatjuk.

A terméket például úgy tisztíthatjuk, hogy a terméket megfelelő oldószerben, így etanolban oldjuk, és az oldószert lassan elpárologtatjuk. A terméket ilyen esetben kristályos állapotban kapjuk. Számos alkalmazási területen azonban nincs szükség a termék tisztítására.

Az (I) általános képletű vegyületek hidrofil szegmenst és hidrofób szegmenst egyidejűleg tartalmaznak. Az ilyen vegyületek felületaktív anyagok, és minden olyan területen alkalmazhatók, ahol felületaktív sajátságokra van szükség.

Az (I) általános képletű vegyületeket például felületaktív anyagokként használhatjuk, fémfelületek korrózióvédelmére alkalmas kompozíciók adalékanyagaként alkalmazhatjuk, szilárd anyagok folyadékokban (például fémrészecskék festékekben) való diszpergálására hasznosíthatjuk, vagy kopásgátló adalékként kenőanyagokhoz adhatjuk.

Az (I) általános képletű vegyületeket előnyösen hasz-

nálhatjuk felületvédelmi célokra.

A találmány továbbá kompozíciókra vonatkozik, amelyek

(a) folyékony oldószert vagy diszpergálószert vagy felületbevonó kompozíciót, és

(b) (I) általános képletű vegyületet tartalmaznak.

A bevonó kompozíció (a) komponense a (b) komponenst oldott állapotban vagy diszpergálva tartalmazó folyadék lehet. Folyadékokként például alifás, cikloalifás és aromás szénhidrogéneket, halogénezett szénhidrogéneket, alkoholokat, észtereket és ketonokat használhatunk; ezek nagy részében oldható a (b) komponens. Ha az (a) komponens víz, ami a (b) komponenst rendszerint nem oldja, a kompozíció a (b) komponens vizes diszperziója. Ha folyékony diszpergálószert használunk, ehhez megfelelő felületaktív anyagot is adhatunk a (b) komponens diszpergálásának elősegítése céljából. Az (a) komponens kenőanyag, például olaj vagy zsír, így folyékony paraffin vagy szintetikus poli(alkilén-glikol) kenőanyag is lehet.

Az (a) komponens továbbá felületbevonó kompozíció, például filmképző kötőanyag-rendszer is lehet. A bevonó kompozíció (a) komponenseként felhasználható filmképző kötőanyag-rendszer például festék (alapozó), lakk, gyanta vagy más védőbevonat-képző kompozíció lehet. Az (a) komponens például oldószeres felületbevonó kompozíció, így cellulóz/oldószer alapú alapozó festék lehet, amit például gépkocsik kis sérüléseinek gyors javítására használnak. A bevonó kompozíció (b) komponenseként felhasznált vegyület az ilyen alapozókban szereplő oldószerekben rendszerint legalább bizonyos mértékben oldódik, és ezeket az anyagokat rendszerint szilárd formában keverjük be

az alapozó festékekbe. Az (a) komponens vizes emulziós felületbevonó rendszer, például polimer latex-alapu, így akril- és sztírol-akril latexet és vinil-akril kopolimer latexeket (köztük akriláttal módosított vinil-klorid - vinilidén-klorid kopolimer latexeket) tartalmazó alapozó vagy védőbevonat-képző anyag is lehet; az ilyen vizes rendszerek a (b) komponenszt szuszpendált vagy diszpergált állapotban tartalmazhatják. A felületbevonó kompozíció karboxilcsoportokat hordozó polimerekből képezett, addíciós polimer alapu, luggal eltávolítható védőbevonat-képző anyag is lehet.

A kompozíció (a) komponenseként felhasználható filmképző kötőanyag-rendszer előnyösen szerves polimert is tartalmaz. Erre a célra általában a festékiparban használatos bármely polimer alkalmas. A filmképző kötőanyagok például akidgyantát, epoxidgyantát, oleorezint, latex-gumit, klórosott gumit, vinilgyantát (így poli/vinil-acetát/-ot vagy poli/vinil-butirál/-t), poliuretánt, poliésztert, szerves vagy szervetlen szilikátot, poliamidot vagy akril-polimert tartalmazhatnak. A kompozíció két vagy több, egymással összeférhető filmképző polimert is tartalmazhat. A kompozíció extendert vagy lágyító gyantát, például szénhidrogén gyantát vagy kőszénkátrány-származékot is tartalmazhat.

A találmány szerinti kompozíciókban (a) komponensként felhasználható filmképző kötőanyag-rendszer például a következő monomerekből kialakított homo- és kopolimereket tartalmazhat:

- ▼ vinil-klorid,
- vinilidén-klorid,
- az alkilcsoportban 1-18 szénatomot tartalmazó alkánkarbonsavak vinil-észterei, előnyösen vinil-acetát,

- az alkilcsoportban 1-18 szénatomot tartalmazó alkil-akrilátok és -metakrilátok,
- akril-amid és szubsztituált akril-amidok,
- akril-nitril és metakril-nitril,
- egy etilénszerű telítetlen kötést tartalmazó szénhidrogének, így etilén, izobutén, sztírol és  $\alpha$ -metil-sztírol.

Az (a) komponensként felhasználható filmképző kötőanyag-rendszer polimerként például akril-polimereket tartalmazhat. Az "akril-polimer" megjelölésen olyan polimereket értünk, amelyek főösszetételükben az alkilcsoportban 1-12 szénatomot tartalmazó alkil-akrilát és/vagy alkil-metakrilát egységekből épülnek fel, és esetenként - egy vagy több alifás telítetlen  $\alpha, \beta$ -telítetlen karbonsav kopolimerizálása révén - savas csoportokat is hordoznak. Ilyen polimereket ismerteti a 115 694 sz. európai közzétételi irat.

Az (a) komponensként felhasználható filmképző kötőanyag-rendszer továbbá (i) vinil-kloridból, (ii) vinilidén-kloridból és (iii) egy vagy több, az alkilcsoportban 1-12 szénatomot tartalmazó alkil-akrilátból vagy alkil-metakrilátból kialakított kopolimereket is tartalmazhat. Ezek a kopolimerek adott esetben a polimer láncban egy vagy több alifás  $\alpha, \beta$ -telítetlen karbonsav egységet is tartalmazhatnak. Ilyen kopolimereket ismerteti az 1 558 411 sz. nagy-britanniai szabadalmi leírás.

A festékkompozíciókban széles körben alkalmaznak alkidtartalmu gyantákat filmképző kötőanyagokként. Ennek megfelelően az (a) komponens alkidtartalmu gyentából (például olejjal módosított alkidgyentából) álló vagy ilyen gyentát tartalmazó filmképző kötőanyag-rendszer is lehet.

A találmány szerinti kompozíciókban (a) komponensként alkalmazható filmképző kötőanyag-rendszer rendszerint a kompo-

zicció ösztérfogatára vonatkoztatva 5-60 tömeg/térfogat %, előnyösen 10-40 tömeg/térfogat % polimert tartalmaz. A polimer a folyékony hordozóközegben oldott vagy kolloidálisan diszpergált (ezek rendszerint  $2 \frac{\mu}{\text{m}}$ -nál kisebb átlagos átmérőjű részecskéket tartalmazó emulzió) állapotban lehet jelen.

A találmány szerinti kompozíciókban (a) komponensként minden olyan anyagot felhasználhatunk, amely felületekkel érintkezve a felületen bevonatot képez, vagy a felületre kenőhatást gyakorol. Az (a) komponens ennek megfelelően természetes olaj vagy zsíradék (ezek növényi vagy állati eredetű olaj vagy zsíradék), így lanolin vagy repceolaj is lehet. Az (a) komponens továbbá kőolajfinomítvány, így kenőolaj, turbinaolaj, tüzelőolaj, gázolaj vagy gépszir is lehet, amelyeket fémfelületekre visznek fel.

Miként már említettük, a találmány szerinti bevonó kompozíciók (b) komponensként (I) általános képletű vegyületet tartalmaznak.

A találmány szerinti kompozíciók - elsősorban az (a) komponensként felületbevonó anyagot tartalmazó kompozíciók - fémek felületére felvive növelik a fémek korrózióállóságát. A kompozíciók vas, cink, réz, ón és alumínium - elsősorban lágy acél és a galvanizált acél cinkfelülete - korrózióvédelmére alkalmasak.

Ha a találmány szerinti kompozíciókat korróziógátló bevonatok képzésére használjuk fel, a bevonatképzést kombinálhatjuk valamely ismert korróziógátló kezeléssel, például a vas foszfatálásával. A kompozíció az (I) általános képletű kondenzátumokon kívül egyéb edalékanyagokat, elsősorban ismert korróziós inhibitorokat is tartalmazhat. A kompozíció például fémoxidot és/vagy fémfoszfátot (előnyösen azonos fém oxidját és

foszfátját) is tartalmazhat.

A találmány szerinti kompozíciók előnyös csoportját alkotják azok a készítmények, amelyek az (a) és (b) komponensen kívül legalább egy fémoxidot és/vagy fémfoszfátot is tartalmaznak.

A találmány szerinti kompozíciók a kompozíció összösségére vonatkoztatva rendszerint 0,1-30 tömeg % (b) komponenset, előnyösen 0,1-5 tömeg % (b) komponenset tartalmaznak. Ha a kompozíció (a) komponensként filmképző kötőanyag-rendszer folyékony közeggel képezett emulzióját tartalmazza, a (b) komponenset előnyösen 0,1-15 tömeg % mennyiségben diszpergáljuk az emulzióban. Ha a találmány szerinti kompozíció kenőanyag, ez a (b) komponenset rendszerint 0,1-10 tömeg %, előnyösen 0,5-6 tömeg % mennyiségben tartalmazhatja.

A találmány szerinti kompozíciók az (I) általános képletű vegyületen és a folyékony oldószeren vagy diszpergálószeren vagy felületbevonó kompozíción kívül számos egyéb adalék- és segédanyagokat, például a filmképző bevonószerekben általánosan alkalmazott adalékanyagokat, így habzágátlókat, folyátszabályozó anyagokat, sűrítőket, diszpergáló- és stabilizálószereket (rendszerint felületaktív anyagokat), nedvesítőszereket, extendereket, fungicid anyagokat, pigmenteket vagy színezékeket, segédoldószereket, lágyítókat és fagyásgátló anyagokat is tartalmazhatnak. Miként már említettük, a kompozíciók egy vagy több ismert korróziós inhibitor is tartalmazhatnak.

A találmány szerinti kompozíciókat minden olyan ismert módszerrel előállíthatjuk, amely alkalmas szilárd anyag bedolgozására a szilárd anyagot lényegében nem oldó folyékony vagy plasztikus közegbe. Így például ha az (a) komponens filmképző

bevonó kompozíció, a találmány szerinti kompozíció előállítására a festékipari kompozíciók készítésének módszereit alkalmazhatjuk; például a komponenseket őrlőberendezésben homogénizáljuk, vagy a komponenseket előhomogénizáljuk és ezután őrljük. Az (I) általános képletű vegyületet és az esetlegesen felhasznált fém-oxidot, fém-foszfátot vagy más korróziós inhibitor a gyártási folyamat bármely alkalmas lépésében bevihetjük a kompozícióba, például a komponensek összeőrlésekor adagolhatjuk be.

Miként már közöltük, a találmány szerinti kompozíciók felhasználásával fémfelületeken korróziógátló bevonatot alakíthatunk ki.

A találmány tárgya tehát továbbá eljárás fémek korrózióvédelmére, amelynek során a fémfelületet vagy annak legalább egy részét a találmány szerinti kompozícióval vonjuk be.

Azzal a megoldással növelhetjük a kezelt felület korrózióállóságát. Az eljárás különösen előnyösen alkalmazható vas, cink, réz, ón és alumínium, elsősorban lágy acél és a galvanizált acél cinkfelülete korrózióvédelmére.

A kompozíciót ismert módszerekkel, például bemeztéssel, permetezéssel vagy ecseteléssel vihetjük fel a fémfelületre. A felvitelt bármilyen alkalmas hőmérsékleten, például 0-50°C-on végezhetjük.

A találmány szerinti kompozícióval fényesre polírozott és/vagy frissen tisztított fémfelületeket is bevonhatunk, a kompozíció azonban enyhén rozsdás felületekre is felvihető. Isetenként tehát elhagyható a felület előzetes tisztítása vagy fényesre polírozása, és a felület közvetlenül kezelhető a találmány szerinti kompozícióval.

A találmány szerinti korróziógátló bevonat felvételét más korróziógátló kezeléssel, például vas foszfatálásával is kombinálhatjuk.

A találmány szerinti korróziógátló bevonatot előkezelésként is felvihetjük fémfelületekre, ismert felületbevonó anyag felvitele előtt. A korróziógátló bevonatot például fémek átmeneti védelmére is alkalmazhatjuk a fémek átszállítása vagy átmeneti tárolása során. A korróziógátló bevonattal átmenetileg védett fémfelületről a következő munkafolyamat előtt vagy alatt távolíthatjuk el a védőbevonatot.

A találmány szerinti kompozíciókkal bevont fémfelületek fokozott korrózióállósággal rendelkeznek.

A találmány továbbá olyan fémfelületekre vonatkozik, amelyek legalább részben valamilyen (I) általános képletű vegyülettel vagy (I) általános képletű vegyületet tartalmazó kompozícióval vannak bevonva.

A fémfelület bevonására (I) általános képletű vegyületet és ismert korróziós inhibitorot tartalmazó kompozíciókat is alkalmazhatunk.

Azt tapasztaltuk továbbá, hogy az (I) általános képletű vegyületek mozgó fémfelületekkel érintkező olajokba vagy zsíradékokba bevive növelik a kenőanyag kopásgátló hatását.

A találmány tárgya tehát továbbá kenőanyag-kompozíció, amely olajat vagy zsíradékot és (I) általános képletű vegyületet tartalmaz.

A kenőanyag-kompozíciók az (I) általános képletű vegyületet rendszerint 0,1-10 tömeg %, előnyösen 0,5-6 tömeg % mennyiségben tartalmazzák.

Azt tapasztaltuk, hogy az (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó kenőanyagok felhasználásával csökkenthető

az érintkező felületek kopása. Az (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó kenőanyagok kopásgátló hatása felülmúlja az adalékmentes, illetve adalékként etil-laurátot vagy dietil-n-decil-malonátot (ismert kopásgátló adalékok; Lubrication Engineering 43, 717 és 722 /1987/) vagy cink-dialkil-ditio-foszfátot (kereskedelemben kapható kopásgátló adalék) tartalmazó kenőanyagokét.

A találmányt az oltalmi kör korlátozása nélkül az alábbi példákban részletesen ismertetjük.

1. példa

5 g (0,04 mól) 1,2,3-trihidroxi-benzol 40 ml etanolal készített, szobahőmérsékletű (15-20°C-os) oldatához keverés közben 7,35 g (0,04 mól) dodecil-aldehidet ( $C_{11}H_{23}CHO$ , R = undecilcsoport), majd 10 ml tömény vizes sósavoldatot (37 tömeg % sósavat tartalmazó vizes oldat) adunk. A kezdetben átlátszó oldat a sav beadagolása után megzavarosodik.

Az elegyet keverés közben visszafolytatásig (körülbelül 78°C-ra) melegítjük. Az oldat ismét átlátszóvá válik. Az oldatot 1 órán át visszafolytatás közben forraljuk; ekközben az oldat színe halvány narancsvörösből vérvörös-narancsvörösre változik.

Az elegyet erélyes keverés közben jégfürdőn (0°C-on) lehütjük. Az elegyből halvány rózsaszínű csapadék válik ki. A kivált szilárd anyagot leszűrjük, és kevés (körülbelül 3-5 ml) hideg (körülbelül 0°C-os) etanollal mossuk. A szilárd anyagot körülbelül 17 órán át szobahőmérsékleten (15-20°C-on), 14 Hgmm nyomáson szárítjuk.

6,46 g (a reagensekre vonatkoztatva 55 %)

$[C_6H(OH)_3 CH(C_{11}H_{23})]_4$  képletű terméket kapunk.

A termék infravörös spektrumának jellemző sávjai: 3340 és 3467 (OH), 874 és 1617 (aril)  $\text{cm}^{-1}$ .

A termék proton NMR spektrumának jellemző vonalait az azokhoz tartozó csoportokkal együtt az 1. táblázatban soroljuk fel. A spektrumot Bruker WM spektrométeren, 250 MHz frekvencián vettük fel; oldószerként deutero-kloroformot, belső standardként tetrametil-szilánt használtunk.

1. táblázat

Kémiai eltolódás, ppm	Típus	Csoport
8,8	s, H	H a -OH csoportban
7,5	s, H	H az arilcsoportban
6,8	széles s, H	H két -OH csoportban
4,4	t, H	H az Ar-CHR-Ar- csoportban
2,2	széles s, H	H az $\text{Ar}_2\text{CH}-\text{CH}_2-\text{R}^1$ csoport metilén-csoportjában
1,3	m, H	H a $-(\text{CH}_2)_n-$ alkillánokban
0,85	t, H	H az alkillánc végén lévő $\text{CH}_3$ csoportban

A termék proton-lecsatolt  $^{13}\text{C}$  NMR spektrumának jellemző vonalait a 2. táblázatban közöljük az azokhoz tartozó csoportokkal együtt. A spektrumot Bruker WM 250 MHz spektrofotométeren vettük fel; oldószerként deutero-kloroformot, belső standardként tetrametil-szilánt használtunk. Az észlelt kémiai eltolódások olyan vegyületnek felelnek meg, amely aromás gyűrűben lévő szénatomokat és metilén-csoportban lévő szénatomokat tartalmaz.

2. táblázat

Kémiai eltolódás, ppm	Csoport
138,6, 137,5, 131,5, 125,5, 124,4 és 113,9	C az aromás gyűrűben
58,1	C az $ar_2CHR$ csoportban
34,2, 33,2, 32,1, 29,8, 29,5, 29,0, 28,3 és 22,8	C az alkilláncban
18,2 és 14,1	C az alkillánc végén lévő metilcsoportban

2-11. példa

Az 1. példában leírtak szerint járunk el, ezzel a különbséggel, hogy aldehidként a 3. táblázatban feltüntetett szénatomszámu R alkilcsoportot tartalmazó R-CHO általános képletű vegyületeket használjuk. Az R helyén álló alkilcsoport szénatomszámát és az elért hozamot a 3. táblázatban közöljük. A teljesség érdekében a 3. táblázatban az 1. példa adatait is feltüntettük.

3. táblázat

A példa száma	Az R alkilcsoport szénatomszáma	Hozam, %
2.	1	32
3.	2	7
4.	3	21
5.	4	26
6.	5	43
7.	6	20
8.	7	64

A példa száma	Az R alkilcsoport szénatomszáma	Hozam, %
9.	8	70
10.	10	50
1.	11	55
11.	13	59

A 7. példa szerinti eljárásban kapott anyagot szoba-hőmérsékleten és légköri nyomáson 7 nap alatt lassan bepároljuk. Kristályos anyagot kapunk. A kristályok szerkezetét röntgendiffrakciós elemzéssel vizsgáljuk. A diffrakciós görbe alapján meghatározott szerkezetet az 1. és 2. ábrán szemléltetjük.

Az 1. ábra felülnézeti képen szemlélteti a négy aromás gyűrűt, amelyekben az összes hidroxilcsoport a molekula azonos oldalán helyezkedik el, és az aromás gyűrűket összekapcsoló metilén-csoportok mindegyikéhez hexilcsoport kapcsolódik (a hexilcsoport első szénatomját az összekötő metilén-csoport takarja).

kevéssel  
A 2. ábra/a belső nagy gyűrű síkja fölött vett oldalnézetet szemléltet. Az 1. ábrához hasonlóan ebben az esetben látható az összes atom és kötés. Mindkét ábrán csak a szén- és oxigénatomokat tüntettük fel; az oxigénatomokat a sötét körök jelzik.

### 12. példa

Az 1. példában leírtak szerint járunk el, azzal a különbséggel, hogy a reakcióelegyhez 20 ml tömény sósavat adunk.

7,29 g (a reagensekre vonatkoztatva 63 %) terméket kapunk.

13. példa

Az 1. példában leírtak szerint járunk el, szel a különbséggel, hogy a reakcióelegyhez 10 ml tömény sósavat adunk, és az elegyet 4 órán át forraljuk visszafolytatás közben.

6,77 g (a reagensekre vonatkoztatva 58 %) terméket kapunk.

14-21. példa

Az 1. és 11. példa szerint előállított vegyületeket folyékony paraffinhoz edtük, és a kompozíció kopásgátló hatását vizsgáltuk. A vizsgálatokat a Lubrication Engineering 43, 717-722 (1987) közleményben leírt, keresztben elhelyezett hengereket alkalmazó módszerrel végeztük. A vizsgálat ideje 5 perc volt. A vizsgálatok során 62,1 mm átmérőjű, NN 26 típusu acélból készített hengert 0,4 m/s sebességgel egy 16,25 mm átmérőjű alumínium hengerrel szemben forgettünk. 49,1 N terhelést alkalmaztunk.

Vizsgálatokat végeztünk etil-dodekanoátot (ED) és dietil-n-decil-malonátot (DnDM) tartalmazó folyékony paraffinnal is. Ezek a vegyületek ismert kopásgátló adalékok (Lubrication Engineering 43, 717-722 /1987/). Az eredményeket a 4. táblázatban közöljük.

4. táblázat

A példa száma vagy az összehasonlító vizsgálat jele	Az adalék <sup>(a)</sup>		Kopásnyom <sup>(b)</sup>	
	tipuss	mennyisége, %	területe mm <sup>2</sup>	térfogata mm <sup>3</sup>
A	ED	5	6,35	0,270
B	DnDM	5	5,35	0,191
14.	1. példa	5	4,14	0,115
15.	11. példa	5	3,82	0,097

A példa száma vagy az összehasonlító vizsgálat jele	Az adalék <sup>(a)</sup>		Kopásnyom <sup>(b)</sup>	
	tipusa	mennyisége, %	területe mm <sup>2</sup>	térfogata mm <sup>3</sup>
C	nincs	0	5,05	0,171
16.	1. példa	1	3,73	0,093
17.	1. példa	2	3,49	0,082
18.	1. példa	5	4,36	0,127
19.	11. példa	1	3,34	0,074
20.	11. példa	2	3,61	0,087
21.	11. példa	5	2,91	0,057

Megjegyzések a 4. táblázathoz:

- (a) Az adalék mennyiségét a kompozíció össztérfogatára vonatkoztatott tömeg/térfogat %-ben adtuk meg. A 18. és 21. példában más időpontban megismételtük a 14. és 15. példa szerinti vizsgálatot.
- (b) A kopásnyom területének meghatározásakor lemértük az ellipszis-aleku kopásnyom kis- és negytengelyét, és az így kapott értékekből kiszámítottuk a kopásnyom területét. A kopásnyom térfogatát a kopásnyom területe, az alumíniumhengerny sugarra és a kopásnyom tengelye alapján ismert módon számítottuk ki.

22-25. példa

Megismételtük a 14-21. példában leírt vizsgálatot. Adalékanyagként az 1. és 11. példa szerint előállított vegyületet, illetve cink-dialkil-ditio-foszfátot (ZDDP; kereskedelemben kapható kopásgátló adalék) használtunk. Az eredményeket az 5. táblázatban közöljük. Az 5. táblázatban megadott adatok három mérés átlagértékei.

5. táblázat

A példa száma vagy az összehasonlító vizsgálat jele	Az adalék <sup>(a)</sup>		Kopásnyom <sup>(b)</sup>	
	tipusa	mennyisége, %	területe mm <sup>2</sup>	térfogata mm <sup>3</sup>
22.	1. példa	1	2,27	0,036
23.	1. példa	2	1,78	0,021
24.	11. példa	1	1,96	0,026
25.	11. példa	2	1,64	0,018
D	ZDDP	1,5	2,19	0,032

Az 5. táblázathoz fűzött (a) és (b) megjegyzés megegyezik a 4. táblázathoz fűzött (a) és (b) megjegyzéssel.

26. példa

A 11. példa szerint előállított vegyület ( $R = C_{13}H_{27}$ ) korróziógátló hatását a módosított Salensky módszerrel vizsgáltuk (a Salensky módszert a "Corrosion Control by Organic Coatings" kézikönyv /szerk.: Henry Leidheiser Jnr., 1981, NACE kiadó/ 236-266. oldala ismerteti).

58,68 g difenil-éterhez 1,32 g, a 11. példa szerint előállított vegyületet adtunk. Az elegyhez 30 g 3 mm átmérőjű üvegyöngyöt adtunk, és az elegyet 30 percig a Red Devil Manufacturing Company által gyártott Model 5410 típusu festékipari kondicionálógépben ráztuk. Az őrölt keveréket üvegpalackba töltöttük, a palackba pontosan lemért, frissen tisztított, 2,5 cm<sup>2</sup> területű acéllemezt illesztettünk, és az acéllemezt félig bemerítettük az őrölt keverékbe. Az üvegpalackba 2 ml 3 tömeg/térfogat %-os vizes nátrium-klorid oldatot töltöttünk. A palackot 24 óran át 40±2°C-on ráztuk, majd az acéllemezt kiemeltük, megtisztítottuk, és a korróziós tömegvesztés meghatározása céljából újból lemértük.

Az összehasonlító vizsgálatban adalékanyagként azonos mennyiségű cink-foszfátot (a Societe Nouvelle des Coulers Zinciques cég PZ 40 jelű terméke) használtunk. Az eredményeket a 6. táblázatban közöljük. A 6. táblázatban feltüntetett adatok több mérés átlagértékei.

A korrózióvédelem %-os mértékét a következőképpen számítottuk ki:

$$\% = 100 \left( 1 - \frac{\text{tömegveszteség adalék jelenlétében}}{\text{tömegveszteség adalék távollétében}} \right)$$

6. táblázat

A példa száma vagy az összehasonlító vizsgálat jele	Adalék	Korrózióvédelem %-os mértéke
26.	11. példa	92
E	cink-foszfát	77

Szabaddalmi igénypontok

1. Eljárás az (I) általános képletű vegyületek előállítására - a képletben R 1-24 szénatomos, adott esetben szubsztituált szénhidrogéncsoportot és n egész számot jelent -, azzal j e l l e m e z v e, hogy 1,2,3-trihidroxi-benzolt sav jelenlétében R-CHO általános képletű aldehiddel reagáltatunk - a képletben R jelentése a tárgyi kör szerinti.
2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal j e l l e m e z v e, hogy olyan R-CHO általános képletű aldehidet használunk, amelyben R alkilcsoportot vagy szubsztituált alkilcsoportot jelent.
3. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal j e l l e m e z v e, hogy olyan R-CHO általános képletű aldehidet használunk, amelyben R 4-14 szénatomos szubsztituálatlan alkilcsoportot jelent.
4. Az 1-3. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal j e l l e m e z v e, hogy a reakciót a reagensek legalább egyikét oldó oldószerben végezzük.
5. Az 1-4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal j e l l e m e z v e, hogy az 1,2,3-trihidroxi-benzolt lényegében sztöchiometrikus mennyiségű aldehiddel reagáltatjuk.
6. Az 1-5. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal j e l l e m e z v e, hogy savként hidrogén-halogenidét használunk.
7. Kompozíció, azzal j e l l e m e z v e, hogy
  - (a) folyékony oldószert vagy diszpergálószert vagy felületbevonó kompozíciót, és
  - (b) (I) általános képletű vegyületet - a képletben R 1-24 szénatomos, adott esetben szubsztituált szénhidrogén-

csoportot és n egész számot jelent -  
tartalmaz.

8. A 7. igénypont szerinti kompozíció, azzal j e l l e m e z v e, hogy olyan (I) általános képletű vegyületet tartalmaz, amelyben R 4-14 szénatomos szubsztituálatlan alkilcsoportot jelent, és n értéke 4.

9. A 7. vagy 8. igénypont szerinti kompozíció, azzal j e l l e m e z v e, hogy (a) komponensként kenőanyagot tartalmaz.

10. A 7-9. igénypontok bármelyike szerinti kompozíció, azzal j e l l e m e z v e, hogy (a) komponensként olajat vagy zsíradékot tartalmaz.

11. A 7-10. igénypontok bármelyike szerinti kompozíció, azzal j e l l e m e z v e, hogy 0,5-10 tömeg % (I) általános képletű vegyületet tartalmaz.

12. Eljárás fémek kezelésére, azzal j e l l e m e z v e, hogy a fém felületének legalább egy részét a 7-11. igénypontok bármelyike szerinti kompozícióval vonjuk be.

a bejelentő helyett

a meghatalmazott:

+3 lap volt  
Korty

Budapesti 14. sz. Ügyvédi Munkatársaság

1370 Budapest V. Engels tér 2

Telefon 172-199, 172-193

Ügyintéző:

Dr. JALSOVICS ZSÓFIA ÜGYVÉD

Ügyvéd

1399 (90)

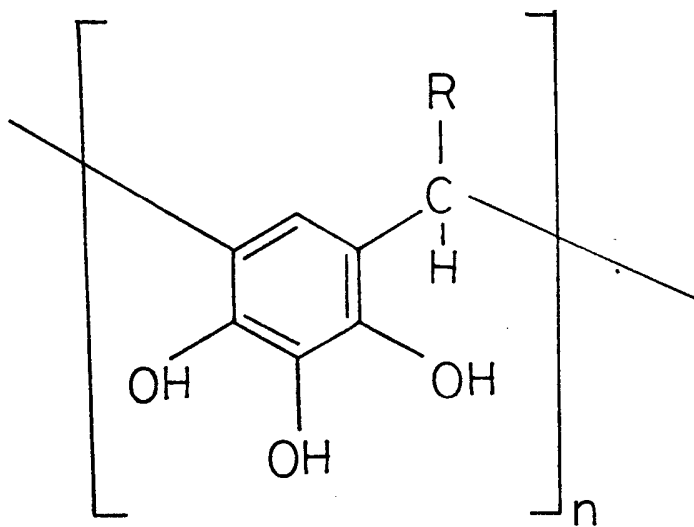
U

01971

**KÖZZÉTÉTELI  
PÉLDÁNY**

**-53857-**

3/1



( I )

✓

*helyre*

158 / 811

Budapesti 14. sz. Ügyvédi Munkaközösség

1370 Budapest V. Erzsébet tér 2.

Telefon 17-53-22-22

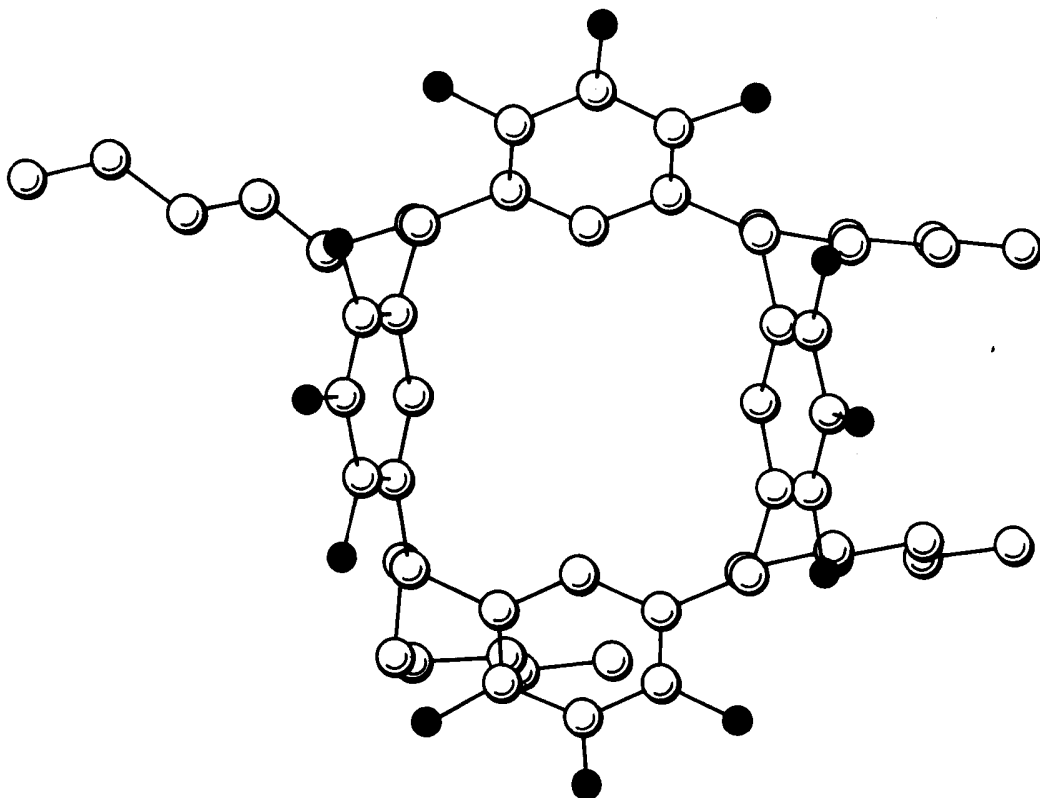
Dr. JALSOVÁNYI PÉTER

1399/95

21971

3/2

Fig.1.



*Handwritten signature*

Budapesti 14. sz. Ügyvédi Munkaközösség  
1370 Budapest, V. kerület, ...  
Telefon: ...  
Dr. J. ... *Handwritten signature*

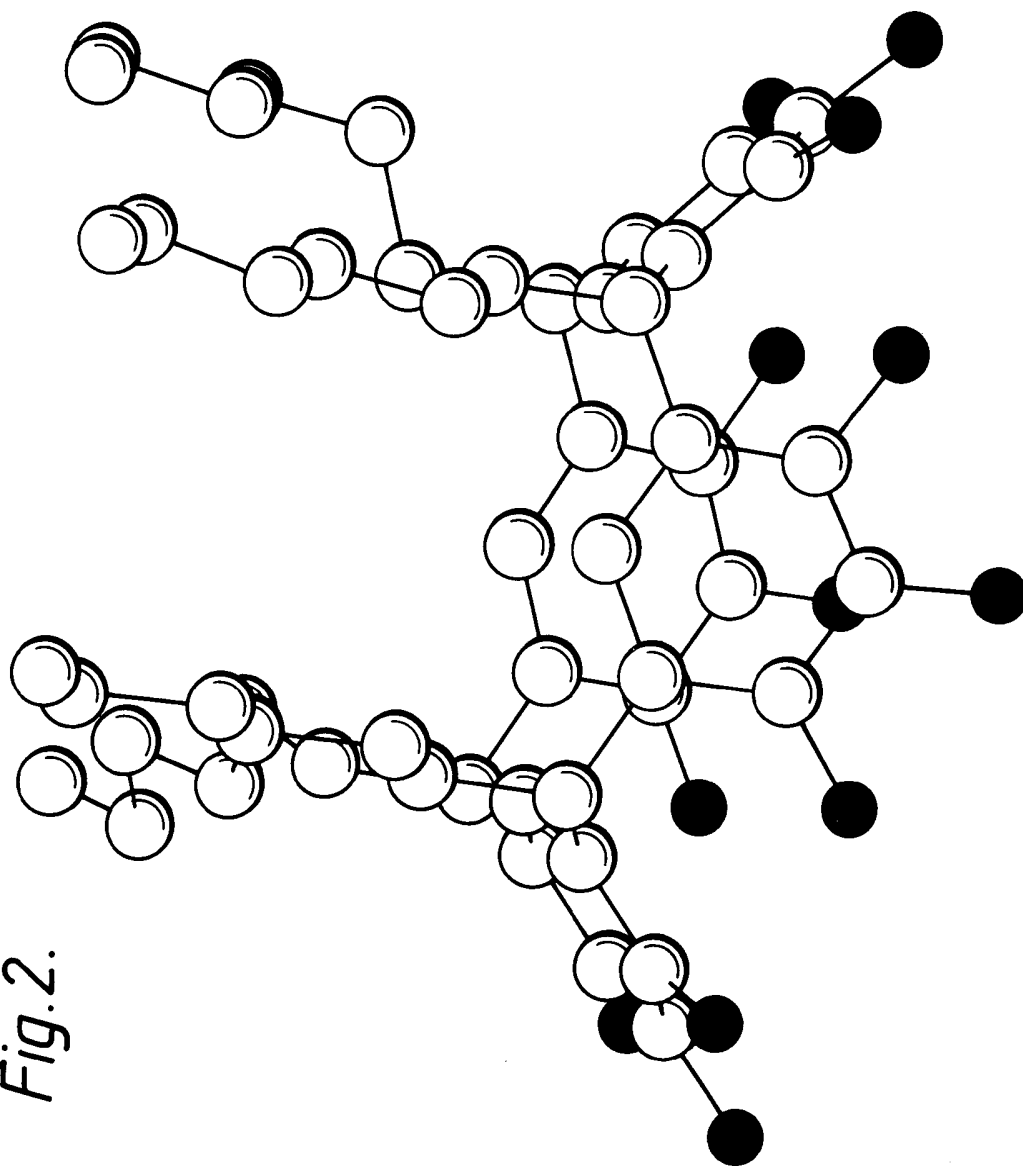


Fig. 2.

Békési H. J.

Budapesti 14. sz. Újnyelvi Munkaszövetés  
1050 Budapest, Újnyelvi út 14. sz.  
Telefon: 21971  
Dr. Békési H. J. 