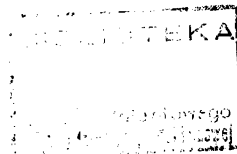


15 kwietnia 1932 r.

2

URZĄD PATENTOWY

CO7c 143/50



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 15620.

Kl. 12 q 20.

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

Sposób otrzymywania produktów kondensacji aldehydów i fenoli.

Patent dodatkowy do patentu Nr 10094.

Zgłoszono 1 marca 1930 r.

Udzielono 11 lutego 1932 r.

Pierwszeństwo: 2 marca 1929 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 1 marca 1944 r.

Patent Nr 10094 dotyczy otrzymywania produktów kondensacji aldehydów i pewnych fenoli, jak również mieszanin tych ostatecznych. Przy użyciu mieszanin fenoli otrzymuje się nie tylko produkty o dwóch różnych resztach fenolowych, lecz również mieszaniny tychże z symetrycznymi produktami kondensacji. Do wielu celów bardzo się nadają podobne mieszaniny, odznaczające się swą taniością, do innych zaś celów nadają się bardziej związki jednorodne.

Wykryto obecnie, że można otrzymać jednorodne związki, kondensując uprzed-

nio 1 cząsteczkę molową jednego z przytoczonych w patencie Nr 10094 *p*-chloro- lub *p*-bromo-fenoli lub ich pochodnych, zawierających obojętne podstawniki, jak np. 2-4-dwuchlorofenol lub 2-metylo-4-chlorofenol, z 1 cząsteczką aldehydu, jak np. *o*-sulfobenzaldehydu na alkohole lub hydrole lub ich bezwodniki, albo też ich pochodne, dające się otrzymać przez podstawienie alkoholowej grupy hydroksylowej, i te dopiero kondensując z drugą cząsteczką tego samego lub innego z przytoczonych w patencie Nr 10094 fenoli.

Przykład I. 31,2 części wag. benzal-

Szdehydro-o-sulfonjanu sodowego wprowadza się do 310 cz. wag. 11%-ego oleum lub oleum o 11% — SO_3 . Następnie dodaje się, ochładzając lodem, 24,5 cz. wag. 2,4-dwuchlorofenolu w ciągu 6-ciu godzin, miesza jeszcze 12 godzin w temperaturze 20 — 25°C i ogrzewa krótki czas. Zapomocą wkrapiania 480 cz. wag. kwasu siarkowego o 60° Bé osadza się bezwodnik hydrolowy w postaci miałkiego proszku. Po ochłodzeniu osad odsąca się, zarabia jeszcze dwukrotnie kwasem siarkowym o 60° Bé, odsąca i przemywa wodą lodowatą. Otrzymany bezwodnik hydrolowy jest w wodzie nierozpuszczalny. Zapomocą ogrzewania z rozcieńczonym kwasem, np. 10%-ym kwa-

sem siarkowym, przechodzi on do roztworu, tworząc prawdopodobnie łatwo rozpuszczalny wolny kwas hydrolosulfonowy. Bardzo charakterystycznym jest intensywne zabarwienie pomarańczowo-czerwone, jakie występuje przy zalewaniu bezwodnika ługiem sodowym. Przy wstrząsaniu (mieszaniu) zabarwienie znika. Przez zakwaszenie kwas sulfonowy nie wydziela się, dopiero zapomocą ogrzewania z mocnym kwasem siarkowym lub solnym wolny kwas sulfonowy odwadnia się zpowrotem i wypada jako bezwodnik. Chlorkiem żelazowym wolny kwas sulfonowy zabarwia się na kolor fioletowy.

Bezwodnik hydrolowy	{	znaleziono: 21.1% Cl; 9.9% S
		teorja: 21.4% Cl; 9.72% S.

Do kondensacji z drugą cząsteczką jednego z przytoczonych w patencie Nr 10094 *p*-chloro- lub *p*-bromo-fenoli lub ich pochodnych zawierających obojętne podstawniki, jak np. 2,4-dwuchlorofenol lub 2-metylo-4-chlorofenol, można stosować wyosobniony bezwodnik hydrolowy. Wyosobnianie to jest jednak niekonieczne. Kwas siarkowy rozcieńcza się do odpowiedniego stężenia, dodaje do niego drugą cząsteczkę molową jednego z przytoczonych fenoli np. 2,4-dwuchlorofenolu, kondensuje jak wskazano w patencie Nr 10094 i wyosabnia utworzony oksytrójarylometan.

Rozcieńczając kwas siarkowy prawie do 90%, dodając dalszą cząsteczkę molową 2,4-dwuchlorofenolu i kondensując, otrzymuje się produkt identyczny z produktem otrzymanym z kwasu benzaldehydo-o-sulfonowego i 2 cząsteczek molowych 2,4-dwuchloro-fenolu.

Kondensując hydrol z *p*-chlorofenolem w kwasie siarkowym o 60° Bé w temperaturze 40°C, a krótko przed zakończeniem

reakcji w temperaturze 80°C, otrzymuje się kwas trójchloro-dwuoksytrójfenylometano-sulfonowy, którego sól sodowa jest łatwiej rozpuszczalna, niż sól czterochloro-pochodnej. Sól tleno-wapniowa i tleno-żelazowa są bardzo trudno rozpuszczalne, jednak nieco łatwiej niż odpowiednie sole czterochloropochodnej.

Przykład II. Kondensacja o-sulfobenzaldehydu z jedną cząsteczką molową 2,4,5-trójchlorofenolu na bezwodnik hydrolowy przebiega, jak w przykładzie I. Po jej zakończeniu rozcieńcza się kwas siarkowy do 50% i w ciągu 15 minut ogrzewa do 90 — 95°C. Otrzymuje się bezwodnik hydrolowy w ilości 78.5% ilości teoretycznej. Jego własności są bardzo podobne do związku przytoczonego w przykładzie I.

25 g bezwodnika hydrolowego zarabia się 14,3 g 2,4-dwuchlorofenolu w około 88% kwasie siarkowym w temperaturze 90 — 110°C dopóty, dopóki nie przestanie się wytwarzać oksytrójfenylo-metan. Wydzielony jako sól sodowa kwasu pięciochloro - dwuoksy-dwufenylometano-o-sulfo-

nowego tworzy również bardzo trudno rozpuszczalną sól tleno-wapniową i tleno-żelazową.

Zastrzeżenie patentowe.

Odmiana sposobu otrzymywania według patentu Nr 10094 związków oksy-dwu- lub trójarylo-metanowych, znamienna tem, że kondensuje się uprzednio 1 cząsteczkę molową *p*-chloro- lub *p*-bromofenolu lub ich pochodnych, zawierających obojętne podstawniki, z 1 cząsteczką molową aldehydu na alkohole, hydrole lub ich bezwod-

niki albo ich pochodne, dające się otrzymać zapomocą podstawienia alkoholowej grupy hydroksylowej, a następnie otrzymane związki kondensuje się z drugą cząsteczką molową tego samego lub innego ze wspomnianych *p*-chloro- lub *p*-bromofenoli lub ich pochodnych, zawierających obojętne podstawniki.

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