

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (5).

Izdan 1 jula 1935.

PATENTNI SPIS BR. 11742

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Leverkusen — I. G. Werk,
Nemačka.

Postupak za izradu kondenzacionih proizvoda.

Prijava od 11 oktobra 1934.

Važi od 1 januara 1935.

Traženo pravo prvenstva od 21 oktobra 1933 (Nemačka).

Pronadjeno je, da se mogu dobiti novi dragoceni proizvodi, ako se sa nekim polisulfidom stave u reakciju niskomolekularni alifatični alkoholi ili etri, koji imaju najmanje dva halogenska atoma na raznim atomima ugljenika, ili u slučaju da eterna grupa predstavlja etilenoksidnu vezu, imaju najmanje jedan halogenski atom, ili mešavine tih alkohola, etera ili alkohola i etera. Kao polisulfid dolaze u obzir di-, tri-, tetra, itd. sulfidi, naročito alkalija, zemno-alkalija i amonijuma. Reakcija se može sprovesti u prisustvu nekog rastvor-nog sredstva, na pr. u vodenom mediumu, i može se pomoću uslova reakcije, naročito temperature, tako voditi, da krajni proizvodi dobiju ili viskozni, ili plastični karakter, koji može da ide do čvrstog stanja. Takodje se može reakcija modifikovati dodatkom na pr. alkalijevog jodida, ili organskih baza. Polisulfid se upotrebljuje u najmanje stehiometričkim količinama.

Kao ishodne materije dolaze u obzir na pr.: epihlorhidrin, dihlorhidrin, halogenski derivati diglicerina ili poliglicerina, dihlormetileter, β - β' dihloretileter, α - β dihloretileter, β - β' - dihlorpropileter itd.

Proizvodi, koji se mogu dobiti prema ovom postupku, mogu se podvrgnuti pogodnoj naknadnoj obradi, na pr. zagrevanju na višu temperaturu sami za sebe, ili u mešavini sa drugim pogodnim materijama.

Produkti, koji se dobivaju prema ovom postupku, odlikuju se time, što nemaju nikakvog mirisa.

Primer 1.

U jedan rastvor od 480 tež. delova natrijevog sulfida ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) u 240 tež. delova vode, rastvori se uz zagrevanje 64 tež. dela sumpora. U taj rastvor Na_2S_2 — dosipa se uz mešanje, na temperaturi od oko 80 — 100° , 140 tež. delova β - β' — dihloretiletra. Za dovršenje reakcije zagreva se 6 sati. Nešto nepromenjenog dihloretiletra i otparljivi reakcioni proizvodi, odstranjuje se pomoću obrade sa vodenom parom. Dobiva se svetlo obojena mekana, nešto lepljiva, voskasta masa.

Primer 2.

U jedan rastvor od 480 tež. delova natrijevog sulfida ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) u 240 tež. delova vode, rastvori se uz zagrevanje 128 težinskih delova sumpora. U taj rastvor Na_2S_3 — dodaje se, uz mešanje na temp. od oko 80 — 100° , 140 tež. delova β - β' dihloretiletra i zagreva se 8 sati. Tragovi nepromenjenog dihloretiletra i otparljive supstance, odstranjuju se pomoću obrade vodenom parom. Dobiva se 120 tež. delova svetlo obojene mekane, nelepljive plastične mase.

Primer 3.

U jedan rastvor od 960 tež. delova natrijevog sulfida ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) u 480 tež. delova vode, rastvori se uz zagrevanje 384 tež. dela sumpora. U taj rastvor Na_2S_4 dodaje se, uz mešanje, pri temperaturi približnoj ključanju, 284 tež. dela $\beta\text{-}\beta'$ -dihloretiletra i zagreva se 6-9 sati. Po obradi sa vodenom parom dobiva se 320 tež. delova svetlo obojene, žilave slične kaučuku plastične mase.

Primer 4.

500 tež. delova natrijevog sulfida i 250 tež. delova sumpora, rastapaju se u vodenom kupatilu uz dodatak od oko 80 tež. delova alkohola i uz uvodjenje vodonika. Dobivena bistra rastopina, razređuje se sa 240 tež. delova vode. U tako dobiveni rastvor koji sadrži Na_2S_4 i Na_2S_5 dodaje se na temp. od 80—100°, uz mešanje, 140 tež. delova $\beta\text{-}\beta$ — dihloretiletra i zagreva se 6—8 sati. Po obradi sa vodenom parom dobiva se 230 tež. delova svetlo obojene, žilave, elastične slične kaučuku mase.

Primer 5.

U jedan rastvor od 120 tež. delova natrijevog sulfida ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) u 60 tež. delova vode, rastvara se 48 tež. delova sumpora uz zagrevanje. Tom rastvoru Na_2S_4 — dodaje se, uz mešanje, na temp. od 70—80°, 70 tež. delova $\alpha\text{-}\beta$ — dihloretiletra i zagreva se 4 sata. Po obradi sa vodenom parom dobiva se 80 tež. delova zatvoreno obojene, prilično čvrste slične ebonitu, mase.

Primer 6.

U jedan rastvor od 960 tež. delova natrijevog sulfida ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) u 480 tež. delova vode, rastvara se uz zagrevanje 384 tež. delova sumpora. U tako dobiveni rastvor Na_2S_4 — dodaje se, uz mešanje na temp. od 80—100, 230 tež. delova asimetričnog dihlormetiletra i zagreva se 6-8 sati. Po obradi sa vodenom parom dobiva se 185 tež. delova žuto obojene mase, koja je u hladnoći čvrsta, a u toploti postaje meka i plastična.

Primer 7.

210 tež. delova mase, dobivene prema primeru 3, zagreva se 4 sata u vakumu od

15 mm na 170-175°C. Dobiva se zatvoreno obojena elastična masa, koja liči na mrki faktis

Primer 8.

210 tež. delova mase, dobivene prema primeru 3, pomeša se u valjku za mešanje sa 4 tež. dela cinkovog oksida, 1 tež. delom tetrametiliuramdisulfida i 10 tež. delova sumpora i zagreva se jedan sat na oko 150° C. Dobiva se plastična masa, koja liči na mekanu gumu.

Primer 9.

48 tež. delova kristalisanog natrijevog sulfida rastvori se zajedno sa 19,2 tež. dela sumpora u 48 tež. delova vruće vode. U filtrisan rastvor, rashladjen na 30° C dodaje se polako uz mešanje 12,9 tež. delova glicerindihlorhidrina. Posle kratkog vremena počinje reakcija uz povišenje temperature. Temperatura se održava ispod 70° C. Po hladjenju izmesi se reakcioni proizvod sa vodom. Dobiva se slabo žućkasta, nerastvorljiva i bezmirisna plastična masa.

Primer 10.

12 tež. delova kristalisanog natrijevog sulfida rastvori se zajedno sa 4, 8 tež. delova sumpora u 12 tež. delova vode. U taj rastvor sipa se polako, uz mešanje, pri sobnoj temperaturi, 4,6 tež. delova epihlorhidrina, pri čemu se vrši jako razvijanje toplote. Stvara se meka, svetlo žuto obojena plastična masa, bez mirisa.

Patentni zahtev:

Postupak za izradu novih kondenzacionih proizvoda, naznačen lime, što se nisko-molekularni alifatični alkoholi ili etri, koji sadrže najmanje dva halogenska atoma na raznim ugljeničnim atomima, ili ukoliko eterna grupa predstavlja etilenoksidnu vezu, sadrže najmanje jedan halogenski atom, ili što se međusobne mešavine takvih materija ili sa drugim pogodnim materijama, stavljaju u reakciju sa nekim polisulfidom i što se tako dobiveni proizvodi podvrgavaju u datom slučaju nekoj naknadnoj obradi.