

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

KLASA 12 (5)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

IZDAN 1. SEPTEMBRA 1923.

PATENTNI SPIS BR. 1269.

Dr. Fritz Pollak G. m. b. H. Berlin.

Postupak za dobijanje svetlo obojenih kondenzacionih produkata postajanih za svetlosti i vazduhu iz fenola i aldehida.

Prijava od 25. marta 1921.

Važi od 1. decembra 1922.

Pravo prvenstva 25. oktobra 1913. (Nemačka.)

Znano je, da moremo dospeti do svetlo-barvnih kondenzacijskih produkata iz fer-olov i aldehida, če jih izdelujemo s kolikor mogoče malimi množinami kislo — ali bazično učinkujočih kontaktnih sredstev svetlu — in zraku obstalnih kondenzacijskih produkata po predležem postopku se je držati treh bistvenih zahtev.

1.) Izdelovanje topljivih medproduktov z uporabo kolikor mogoče malih množin kislo — ali bazično učinkujočih kontaktnih sredstev.

2.) Odstranitev fenola vsebovanega v reakcijski masi, potom ponavljajočega izstresanja z večjimi množinami vode pri temperaturi pod 40°.

3.) Obdelovanje sapunastih mas, dobljenih potom predpriprave po 1 in 2, z neutralnimi vodenimi rastopinami sposobnih neutralnih sredstev, katere se potem spet odstranijo.

Kod sposobna sredstva so se izkazali taki produkti, ki so v stanju, izvajati kljub razredčenju z večjimi množinami vode na fenole topeč ali oksidirajoč upliv. Kot taki produkti pridejo v poštev, poljubno z vodo mešljivi alkoholi, etri, estri, ketoni i aldehidi, vodikovsuperoksid, hidrirani fenoli, šečér in drugi. Ti produkti se spravijo v učinkovanje pri navadni temperaturi in v razredčeni vodni rastopini na topljive medprodukte, ki so že v pretežni večini oproščeni fenola potom ponavljajočega izstresanja z vodo, nato po

možnosti zopet popolnoma odstranjeni potom večkratnjega istresavanja z vodo. Ostajajoča masa se more po običajnem načinu — eventualno s pridatkom novih množin aldehidov — spremeniti v netopljivi krajni produkt.

Pod okolnostmi je poželjno spraviti več omenjenih sredstev drug za drugim v uporabo.

Za provedbo postopka postopoma na primeren način kakor sledi:

Primer 1. 100 utežnih delov kristalizirane karbolove kisline in 80 utežnih delov formaldehida (40%) se ogreje z 0.2 utežnih delov ratrijevega fenolata pod refluxom, dokler ne izpade kondenzacijski produkt. Nato se odloči smolasta plast od vodene rastopine, ki plava na njej, in se večkrat dobro pretresa s 100 utežnimi deli vode. Dobljena sapunasta masa se sedaj dobro pere z rastopino od 10 utežnih delov metilovega alkohola in 100 utežnimi deli vode, nato se opetovano dobro popere z večjimi množinami mrzle vode, preostanek se potom destilacije v vakuumu oprosti od zadnjih sledov prostega fenola, in napolni v oblike v svrhu dosege nerastopljivega krajnega produkta, in se v peči trdi pri 95—100° C. Dobljeni produkt je svetložolte barve, providen in vrlo dobro svetlu in zraku obstalen.

Primer 2. Če se tu poslužimo, mesto metilnega alkohola uporabljenega v primeru 1.) eanko možino 3% nega neutralnega vodikov-

Din. 1.—

vega superoksida, potem je dobljeni produkt nekaj temnejše barvan in skoraj popolnega obstanja nasproti uplivom luči in zraka.

Primer 3. 94 utežnih delov kristalizirane karbolove kisline se nagrejejo na 85° C, v oljnati kopelji, ki je razgreta na 90° C. K temu pridamo 15 utežnih delov α - polioksimetilena v fino prašni obliki in pustimo toliko $\frac{1}{5}$ normalne žveplene kisline doteči, da reagira masa eksotermno in se raztopi polioksimetilen. Nato dodamo nadaljnjih 5 delov α - polioksimetilena in pustimo dokapati še nadalje $\frac{1}{5}$ normalne žveplene kisline, dokler ni reakcija končana. Nato se filtrira in se pere masa po ohlajenju opetovano mrzlo s po 100 ccm vode in nato se prerese z 100 utežnimi deli 0.3% nega vodikovega superoksida, eventualno se pusti nekoliko ur stati in se nato oksidacijsko sredstvo zopet odstrani potom večkratnega pranja z vodo. Medprodukt, ki se na ta način pridobi, se more s dodatkom nadaljne množine formaldehida pretvoriti v nerastopljiv popolnoma svetel in zraku odstalen produkt.

Po tem postopku izdelani produkti ne spremenijo njihovo stanovitnost nasproti luči tudi takrat, če se po končanju pralnega procesa zadajo z rahlo učinkujočimi kontaktnimi sredstvi, kar je pod okolnostmi željeno za dosego motnega materijala ali hitrejše strditve.

Predležeci postopek se razločuje od že znanega postopka pri uporabi razredčenega

oksidacjskega sredstva kot vodikovsuperoksida s tem, da vstopi vsled uporabe slednega v neutralni rastopini pomembno manjše barvanje medproduktov. Od nekega drugega postopaka se razlikuje predležeci postopek s tem, da ne nastopi tukaj nikako rastopljive medprodukta samega v uporabljenem pralno sredstvo in da se podvzame pranje z novim sredstvom šele po temeljitim obdelovanju z mrzlo vodo in samo s takimi medprodukti, kateri vsebujejo vsled njihovega izdelanja z jako malenkostnimi množinami kontaktnih sredstev, že vnaprej malenkostno množino svetlu neobstalnih sestavin. Učinek, ki se tu doseže, je toraj veliko večji kot tam.

Patentna zahteva:

Postopek za izdelavo svetlobarvnih svetlu in zraku obstalnih neraztopljivih kondenzacijskih produktov iz fenolov in aldehydov, označen s tem, da se obdelujejo rastopivi vmesni kondenzacijski produkti, izdelani na poznan način s kolikor mogoče malenkostnimi množinami kontaktnih sredstev, po ponavljajočem izstresanju z vodo od marj kot 40° C. z razredčenimi vodnimi rastopinami takih produktov, ki izvajajo topki ali oksidirajoči vpiv na fenole, nakar se po odstranitvi poslednjih ostankov teh topil z mrzlo vodo izdelajo po običajnem načinu neraztopljivi krajni produkti.

Primer 1. 100 utežnih delov kristalizirane karbolove kisline in 80 utežnih delov formaldehida (40%) se očisti z 0.2 utežnih delov trijevega fenola pod redukcijo. Medprodukt, ki se na ta način pridobi, se pere s 100 ccm vode in nato se prerese z 100 utežnimi deli 0.3% nega vodikovega superoksida, eventualno se pusti nekoliko ur stati in se nato oksidacijsko sredstvo zopet odstrani potom večkratnega pranja z vodo. Medprodukt, ki se na ta način pridobi, se more s dodatkom nadaljne množine formaldehida pretvoriti v nerastopljiv popolnoma svetel in zraku odstalen produkt.

1) Izdelovanje topljivih medproduktov — uporaba kolikor mogoče majhne množine kisline ali bazično učinkujočih kontaktnih sredstev. 2) Obdelovanje ledena vstopnega v raztopini. 3) Obdelovanje sebumskih mas dobljenih iz rastopin po 1 in 2. z neutralnimi vodenimi rastopinami spoznih neutralnih sredstev, katere se potem spet odstranijo. Kod sposobna sredstva so se izkazali laki, ki so v stanju izvajati kljub razredčenju z večjimi množinami vode na fenole topeč ali oksidirajoč upir. Kot taki produkti pridejo v postopku poljubno z vodo mešljivi alkoholi, etil, kationi i. aldehydi, vodikovsuperoksidi, hidrirani fenoli, šečar in drugi. Ti produkti se spravijo v učinkovite pri razredčenju in v razredčeni vodni rastopini na topljive medprodukte, ki so že v predležeci večini oprvočeni ledena potem po navlaščeno izstresanja z vodo, nato po