

PL/H.



MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invención por veinte años, por = Procedimiento para la obtención de productos de condensación solubles en el agua = a favor de la razón social I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, residente en Frankfurt am Main (Alemania)..-

Como es sabido, los oxialcoholes aromaticos representan compuestos muy inestables, los cuales ya a temperatura ordinaria son convertidos en resinas por los ácidos minerales diluidos. Esto es por lo que no se ha logrado hasta ahora llevar a condensación los oxialcoholes aromaticos con los compuestos de oxigeno aromáticos de gran capacidad de reacción



o con sus sulfocidos si no es en condiciones muy delicadas a temperaturas relativamente bajas. (Patente alemana 300567 y patente de adición 301451).

Ahora bien se ha descubierto que los oxialcoholes aromáticos pueden tambien ser llevados a condensación con sulfocidos aromáticos sin dificultad y en forma sencilla pudiendo emplear temperaturas hasta de 100° y superiores y agregar en ciertas circunstancias ácidos minerales energicos. Este comportamiento no se puede preveer en ningun caso debido a la gran inclinación de los oxialcoholes a la autocondensación. En la obtención de estos compuestos, hasta ahora desconocidos que poseen propiedades de mucho valor y han de ser empleados, entre otras cosas, como curtientes, como medios de formación de espuma y de emulsión como productos intermedios para colorantes, etc., pueden seguirse procedimientos muy diferentes. Se llegan a conseguir por ejemplo, dichos productos si se llevan a condensación sulfocidos aromáticos o sus derivados con mezclas de oxialcoholes y otros compuestos apropiados para la condensación como alcoholes alifáticos, aromáticos o hidroaromáticos, fenoles u otros compuestos con átomos halogenos móviles (cloruro benzílico, dicloronafalina, cloruro benzoílico, cloruro etílico, etc.). Pero tambien se puede partir de sulfocidos aromáticos de mas elevado peso molecular por ejemplo, por condensación de sulfocidos aromáticos con aldehidos o con compuestos que se asocian en aldehidos o con otros compuestos que reaccionen como estos (cloruro de azufre, cloruro tiónílico etc.). En lugar de trabajar con mezclas de oxialcoholes y los compuestos antes mencionados, puede ser algunas veces ventajoso, proceder a la concentración con los distintos componentes en un orden de sucesión determinado. En ciertas circunstancias



es conveniente, proceder a la condensación en la forma antes descrita, no con sulfocidos aromáticos, sino con hidrocarburos sencillo o de elevado peso molecular o sus derivados y llevar después los productos obtenidos a forma soluble en el agua por ejemplo, por medio de sulfuración o condensación apropiada con sulfocloruros de bencilcloruros. También produce compuestos de valiosas propiedades la condensación ulterior de productos que son obtenidos en el sentido de la idea del invento, por ejemplo, de sulfocidos aromáticos y oxialcoholes, con compuestos de enlace en el núcleo, aldehidos, cloruro de sulfurilo, etc.).

EJEMPLOS

1º.- 10 partes de naftalina son sulfuradas a 160° con 16 partes de ácido sulfurico (98 %). En la mezcla enfriada se añaden, a la temperatura del baño maria bajo fuerte agitación, 19,4 partes del alcohol oxibencilico. Después de que todo se ha incorporado, se agita hasta completarse la reacción corto tiempo después.

Con lejía de sosa al 20 %, el producto de condensación es llevado a una acidez de 1 gr. ~ 10 cm³ de n/10 NaOH. La solución se diluye con agua para su empleo para el curtido. Produce un cuero blanco muy blando, de tacto como el glacé.

En lugar de alcohol oxibencilico solo, pueden también ser empleados otros oxialcoholes, por ejemplo alcoholes obtenidos del cresol.

2º.- 10 partes de naftalina son sulfuradas, según previene la patente alemana 292531, a 130-140° con 12,5 partes de ácido sulfurico al 98 % y condensadas a 30° con 4 partes de solución de formaldehido al 30 %. Hacia la terminación se añade



una cantidad de H_2SO_3 al 70 %, tal que la masa pueda aun agitar se convenientemente y se añaden a la temperatura del baño maría 9,7 partes de p-homosalicigenina. Después de corta agitación ha terminado la reacción. El producto es claramente soluble en el agua y después de llevado con lejía de sosa al 20 % a una acidez de 1 gr. \sim 10 cm³ n/10 NaOH, representa un curtiente de gran valor que produce un cuero blanco y blando. El producto es muy superior en su efecto curtiente al ácido dinaftilmetanodisulfónico.

3c.- En la mezcla de sulfuración, obtenida según el ejemplo 1c, de 10 partes de naftalina y 16 partes de ácido sulfúrico se hace actuar, a la temperatura del baño maría y mediante buena agitación 21,5 partes de alcohol oxifenilético.

Después de corta agitación ulterior se ha producido una transformación completa y la solución, después de que ha sido neutralizada a la acidez de 1 gr. \sim n/10 NaOH con lejía de sosa al 20 % puede ser empleada como caldo de curtido.

4a.- 11 partes de metilnaftalina son convertidas a 120° con 16 partes de ácido sulfúrico al 98 % en ácido metilnaftilnosulfónico y condensadas a la temperatura del baño maría mediante buena agitación con 19 partes de alcohol oxibencílico.

Se neutraliza el producto de condensación hasta a una acidez de 1 gr. \sim 10 cm³ n/10 NaOH y así se obtiene un curtiente de valor.

5c.- En la mezcla de sulfuración obtenida según el ejemplo 1c de 10 partes de naftalina y 12 partes de ácido sulfúrico (98 %) se hace actuar mediante buena agitación a la temperatura del baño maría una mezcla de 9,7 partes de p-homosalicigenina y 7,3 partes de fenol. Después de que ha terminado la reacción principal se calienta aun un corto tiempo a una temperatura algo mas elevada para completar la transformación.



Se obtiene un producto de condensación que, después que ha sido llevado con lejía de sosa a una acidez de 1 gr. \sim 10 cm^3 n/10 NaOH, puede ser empleado como caldo de curtido.

6a.- 64 partes de naftalina son condensadas con 53 partes de cloruro bencílico y sulfuradas con una mezcla de 28 partes de oleum (al 20 %) y 75 partes de ácido clorosulfónico a 80-90°.

10 partes de la mezcla resultante son condensadas con 3,3 partes de alcohol oxibencílico a 95°.

Si se lleva a una acidez de 1 gr. \sim 10 cm^3 n/10 NaOH el producto, soluble por completo claramente en el agua, puede emplearse para el curtido. Produce un cuero blanco, blando y liso.

7a.- En una mezcla de 12,8 partes de naftalina y 4,6 partes de alcohol etílico se hacen caer gota a gota a 70° 30 partes de ácido clorosulfónico.

Después de larga agitación ulterior a 100-120° ha terminado la condensación. Se hacen incorporar ahora a 10 partes de la mezcla, a 95-100°, 3,3 partes alcohol oxibencílico. El producto por neutralización posterior parcial con lejía de sosa al 20 %, es llevado a una acidez de 1 gr. \sim 11 cm^3 n/10 NaOH y da un buen cuero.

8a.- 12,8 partes de naftalina son condensadas con 12,6 partes de cloruro bencílico mediante adición de 0,002 partes de polvo de cinc bruto y sulfuradas con 17 partes de oleum al 20 % a 90-100°.

En la mezcla de sulfuración se hace incorporar a unos 100° mediante buena agitación, una mezcla de 10,8 partes de alcohol metiloxibencílico y 2,4 partes de alcohol oxibencílico.

Después de terminada la condensación el producto es llevado con lejía de sosa al 20 % a una acidez de 1 gr. \sim 10 cm^3



n/10 NaOH y puede emplearse para el curtido.

9º.- 38,4 partes de naftalina son condensadas con 42 partes de cloruro benzoílico mediante adición de unas 0,05 partes de polvo de cinc bruto, a 170-190º. El producto de condensación es fraccionado en el vacío a 37 mm.

17 partes de la fracción, que pasada de 150 a 210º, son sulfuradas con 22,4 partes de oleum (20 %) a 140º y condensadas mediante buena agitación con 9,1 partes de alcohol oxibencílico a 100º.

Después de que el producto ha sido llevado con lejía de sosa al 40 % a una acidez de 1 gr. ~ 7 cm³ NaOH, puede ser empleado para el curtido.

10º.- 73,6 partes de la naftalina utilizada obtenida según la patente N. 60152 IV/120 son sulfuradas a unos 110º con 60 partes de ácido sulfúrico al 98 % condensadas a 180º con 47,5 partes de alcohol metiloxibencílico y llevadas con la lejía de sosa al 20 % a una acidez de 1 gr. ~ 7 cm³ n/10 NaOH.

11º.- 8,8 partes de tetralina son sulfuradas con 12 partes de ácido sulfúrico al 98 % a 100º y condensadas con una mezcla de 7,1 partes de alcohol metiloxibencílico y 1,6 partes de alcohol oxibencílico a la misma temperatura. Después de que el producto ha sido llevado con lejía de sosa al 20 % a una acidez de 1 gr. ~ 10 cm³ n/10 NaOH, puede emplearse para curtir.

12º.- 7,8 partes de la mezcla de sulfuración de tetralina y ácido sulfúrico obtenida según el ejemplo 11, son mezcladas con 2,5 partes de ácido sulfúrico al 80 % y condensadas a 180º con 9,3 partes de alcohol oxibencílico. El producto es llevado con lejía de sosa al 20 % a una acidez de 1 gr. ~ 5 cm³ NaOH y entonces está dispuesto para curtir.



13c.- 25 partes de la mezcla de sulfuración de naftalina y ácido sulfurico obtenidas según el ejemplo 1c, son condensadas con 5,0 partes de ciclohexanol a 120° y despues de esto con 12,2 partes de alcohol oxibencilico a 100°. El producto es llevado antes del curtido con lejía de sosa al 20 % a una acidez de 1 gr. ~ 10 cm³ n/10 NaOH.

14c.- En 31,2 partes de la mezcla de sulfuración de tetralina y ácido sulfurico obtenida según el ejemplo 11, es incorporado cloro hasta un aumento de peso de 2,9 partes.

6,0 partes de la mezcla de la cloruración son condensadas con 6,2 partes de alcohol oxibencilico y llevadas con lejía de sosa al 20 % a una acidez de 1 gr. ~ 100 cm³ n/10 NaOH, despues de lo cual el producto puede ser empleado para el curtido.

15c.- 16,3 partes de α -cloronaftalina son sulfuradas a 150° con 25,5 partes de oleum al 5 % y condensadas a 100° con 12,4 % de alcohol oxibencilico. Despues de que el producto ha sido llevado con lejía de sosa a una acidez de 1 gr. ~ 10 cm³ n/10 NaOH, es empleado para el curtido.

16c.- 25 partes de la mezcla de sulfuración de naftalina y ácido sulfurico obtenidas según el ejemplo 1c, son condensadas con 3,0 partes de alcohol isopropilico a 100° y despues de esto condensadas con 12,2 partes de alcohol oxibencilico a la misma temperatura.

El producto es llevado con lejía de sosa al 20 % a una acidez de 1 gr. ~ 10 cm³ n/10 NaOH, y puede emplearse para el curtido.

17c.- Se hacen incorporar 25 partes de benzol en 70 partes de monohidrato mediante agitación y se calienta al final a 100°. 20,0 partes de esta mezcla son condensadas con 16,4 partes de alcohol oxibencilico a 100° y llevadas con lejía de



sosa a 20 $\frac{1}{2}$ a una acidez de 1 gr. \sim 9 cm³ n/10 NaOH. El producto puede emplearse para el curtido.

18c.- 22,6 partes de ácido naftalinsulfónico cristalizado son condensadas con 6,8 partes de cloruro de azufre a 100° y agitadas con 10,5 partes de ácido sulfúrico al 95 %.

18 partes de la mezcla son condensadas con 6,2 partes de alcohol oxibencílico a 100° y llevadas con lejía de sosa al 20 $\frac{1}{2}$ a una acidez de 1 gr. \sim 9 cm³ n/10 NaOH, después de lo cual el producto puede ser empleado para el curtido.

19a.- 10 partes de los residuos que se depositan en la purificación del antroceno son sulfuradas a 140° con 15 partes de ácido sulfúrico concentrado y condensadas con 7 partes de alcohol oxibencílico.

antes del curtido el producto es llevado con lejía de sosa a una acidez de 1 gr. \sim 10 cm³ n/10 NaOH.

20a.- Curtido de combinación con zumague. El cuero es teñido y tratado ulteriormente.

N O T A.

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como de novedad e invención propia, son las siguientes reivindicaciones:

1^a. Procedimiento para la fabricación de productos de condensación solubles en el agua, caracterizado porque se condensan ácidos sulfónicos aromáticos o sus derivados con excepción de los ácidos oxisulfónicos, con oxialcoholes aromáticos o sus derivados.

2^a. Modificación del procedimiento según la conclusión



1. caracterizado porque los o d alcoholes empleados como componentes de condensación son reemplazados en parte por otros compuestos apropiados para la condensación, por ejemplo, por alcoholes alifáticos, aromáticos o hidroaromáticos, fenoles o compuestos con átomos halógeno móvil (cloruro benzílico, diclorhidronaftalina, cloruro benzoílico, cloruro etílico, etc).

3.^a. Modificación del procedimiento según las conclusiones 1 y 2, caracterizado porque se condensan productos de condensación de elevado peso molecular de los sulfonidos aromáticos con los compuestos caracterizados en las conclusiones 1 y 2.

4.^a. Modificación del procedimiento según las conclusiones 1, 2 y 3, caracterizado porque se condensan hidrocarburos aromáticos o sus productos de condensación de elevado peso molecular, con o sin el empleo de medios de condensación, con los compuestos mencionados en las conclusiones 1 y 2, o sus derivados en cualquier orden de sucesión, se hacen solubles en el agua en forma apropiada y los productos así obtenidos se les condensa una vez más en caso dado con los compuestos mencionados en las conclusiones 1 y 2 o sus derivados o con compuestos de enlace con el núcleo, apropiados tales como aldehidos, cloruros de azufre y análogos.

5.^a. Procedimiento para la obtención de productos de condensación solubles en el agua.- según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de nueve páginas foliadas y escritas por una sola cara.

Madrid, a 26 de marzo de 1926.-

Leocadio López y López.

P. P. /