

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (5).

Izdan 1 juna 1934.

PATENTNI SPIS BR. 10926

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

Postupak za spravljanje vodenih rastvora jedinjenja, teških metala, aromatičnih halogenilsulfamida.

Prijava od 22 septembra 1933.

Važi od 1 januara 1934.

Traženo pravo prvenstva od 6 oktobra 1932 (Nemačka).

Soli teških metala aromatičnih halogenilsulfamida su u vodi teško rastvorljive i kratko s održavaju, što isključuje njihovu praktičnu primenu za mnoge svrhe.

Ustanovljeno je, da se dobivaju praktički dovoljno postojani vodeni rastvori soli teških metala aromatičnih halogenilsulfamida, ako se aromatični halogenilsulfamidi spoje u prisustvu vode u skoro neutralne produkte sa takvim jedinjenjima teških metala i sa jedinjenjima, koja sadrže azot i koja imaju jednu ili više kiselih ili bazisnih grupa sposobnih za stvaranje soli i koja su sposobna za stvaranje u vodi rastvorljivih kompleksnih soli teških metala.

Kao jedinjenja naznačene vrste, koja sadrže azot, pokazala su se pogodnim jedinjenja imidacola, triacola, piracola, perimidinskog i primidinskog reda, kao i guanidi, biguanidi, diaril-o-oksiacoboje i slična jedinjenja.

Za spravljanje rastvora mogu se n. pr. soli teških metala aromatičnih halogenilsulfamida rastvoriti u vodenom rastvoru stvaraoca kompleksa koji sadrži azot gore pomenute vrste, ili se mogu teške metalne soli aromatičnih halogenilsulfamida združiti sa stvaraocem kompleksa i onda pomoću vode rastvoriti. Do istih rastvora dolazi se takode, ako se gore naznačeni stvaraoci kompleksa prvo prevedu u od-

govarajuće kompleksne soli teških metala i ako se te dovedu u reakciju u prisustvu vode sa rastvorljivim solima aromatičnih halogenilsulfamida. Može se postupiti i tako, da se rastvorljive soli aromatičnih halogenilsulfamida zajedno sa jedinjenjima, koja sadrže azot i koja su sposobna za stvaranje rastvorljivih u vodi kompleksnih soli teških metala, rastvore u vodi i dovedu u reakciju sa vodenim rastvorom neke soli teškog metala, dvostruke soli, ili njenog ekvivalenta kao n. pr. oksida odn. hidroksida.

Spravljanje rastvora može se dalje uprostiti i na taj način, što se mesto u vodi rastvorljivih soli aromatičnih halogenilsulfamida, upotrebljuju molekularne količine aromatičnih sulfamida i hipohlorita rastvorljivih u vodi.

Količina upotrebljenog stvaraoca kompleksa može se menjati u širokim granicama. Kao naročito postojani, pokazali su se rastvori neutralne odn. slabo alkalne reakcije. Neutralna ili slabo alkalna reakcija postiže se u slučaju potrebe dodatkom baza ili kiselina neorganske ili organske prirode.

Primer 1.

30 gr benzimidazol-4-sulfonske kiseline rastvore se u 165 cm³ normalne natrijeve lužine i to se razredi sa 200 cm³ vode. Po

dodatku od 15 gr. p-toluolsulfohloramid-srebra meša se tako dugo, dok se ne stvori rastvor. U slučaju potrebe filtrira se i dovodi se dodatkom vode na željenu zapreminu.

Na taj način spravljeni 20%-ni rastvor ima pH = 8.6 i odlikuje se dobrom postojanošću.

Navedeni količinski odnosi, kao i koncentracija rastvora na soli teškog metala mogu se u velikoj granici menjati. Isto važi i kod sledećih primera.

Primer 2.

Za rastvaranje od 16.5 benzimidazol-4-sulfonske kiseline u izračunatoj količini natrijeve lužine dodaje se uzastopno uz stalno mešanje 6 cm³ normalne natrijeve lužine, koncentrisani vodeni rastvor od 8.5 gr p-toluolsulfohloramid-natrijuma i 5 gr srebra nitrata u vodenom rastvoru, a zatim se dopunjuje sa vodom do 300 cm³.

Dobija se vrlo postojan 30%-ni rastvor p-toluolsulfohloramid srebra, koji ima pH = 8.4—8.6.

Primer 3.

5 gr natrijumove soli benzimidazol-4-sulfonske kiseline rastvori se u vodi i dodaje se rastvor od 4 gr benzimidazol-4-sulfonske kiseline u izračunatoj količini natrijeve lužine. Po dodatku od 5.6 gr. p-toluolsulfohloramidnatrijuma u koncentrisanom vodenom rastvoru i dopunjavanju vodom na celokupnu zapreminu od 250 cm³, dobiva se 20%-ni rastvor zatvoreno plave boje p-toluolsulfohloramid bakra.

Primer 4.

U vodeni rastvor od 7.1 gr natrijumove soli žive-4-hlorbenzimidazol sulfonske kiseline, dodaje se 10 cm³ normalne natrijeve lužine i jedan rastvor od 5.2 gr 4-hlorbenzimidazolsulfonske kiseline u izračunatoj količini natrijeve lužine. Mešajući dodaje se 5.6 gr p-toluolsulfohloramidnatrijuma u koncentrisanom vodenom rastvoru, a zatim se dopunjava vodom na zapreminu od 350 cm³.

Dobivni rastvor p-toluolsulfohloramid-žive ima sadržinu od 1.7%.

Primer 5.

U rastvor od 30 gr benzimidazol-4-sulfonske kiseline u ekvivalentnoj količini normalne natrijeve lužine dodaju se uz mešanje uzastopno koncentrisani vodeni rastvori od 1.4 gr p-toluolsulfohloramidnatrijuma i 5.9 gr kobaltovog hlorida

(6H₂O). Po dopunjavanju na 300 cm³ dobija se 3.90%-ni, jako ljubičasto obojeni rastvor p-toluolsulfohloramid kobalta.

Primer 6.

15 gr benzimidazol-4-sulfonske kiseline rastvore se u 105 cm³ normalne natrijeve lužine i dodaje im se vodeni rastvor od 7 gr p-toluolsulfohloramidnatrijuma. Zatim se dodaju uz mešanje 34.5 cm³ 10%-nog rastvora zlatohlorvodonične kiseline i dopunjuje se vodom na zapreminu od 200 cm³.

Nastali zlatno-žuti rastvor sadrži 3.4% p-toluolsulfohloramid zlata.

Primer 7.

Ako se upotrebi u primeru 2 mesto p-toluolsulfohloramid natrijuma ista količina bezolsulfobromamid natrijuma i postupa u ostalom kao što je tamo navedeno, dobija se jedan 30%-ni rastvor benzolsulfobromamid srebra.

Primer 8.

9.7 gr benzotriazol-4-oksirisčetne kiseline rastvore se u 85 cm³ normalne natrijeve lužine i dodaju im se uz mešanje vodeni rastvor od 5 gr p-toluolsulfohloramid natrijuma i 2.25 gr sulfata bakra (5 H₂O), a potom se ratreduje sa vodom na 200 cm³. Prvobitno nastali talog ide pri daljem mešanju postepeno u rastvor. Dobiveni zeleno-plavi rastvor sadrži 2.1% p-toluolsulfohloramid bakra.

Primer 9.

Rastvoru od 9.2 gr dietilbarbiturske kiseline u 72.5 cm³ normalne natrijeve lužine, dodaju se 5 gr p-toluolsulfohloramidnatrijuma i 2.45 gr živinog hlorida, oboje u vodenom rastvoru. Po razređivanju na 130 cm³, dobija se jedan bezbojni 4.20%-ni rastvor p-toluolsulfohloramid žive.

Primer 10.

5.95 gr benzolsulfamida rastvaraju se uz hlađenje ledom u 35 cm³ normalne natrijeve lužine i 15 cm³ vode uz dodatak od 25 cm³ 12%-nog rastvora natrijevog hipohlorita. Zatim se dodaju rastvor od 15 gr benzimidazol-4-sulfonske kiseline u potrebnoj količini natrijeve lužine i vodeni rastvor od 5.4 gr cinkovog sulfata i dopunjuje se sa vodom na 190 cm³. Bezbojni rastvor sadrži 4.2% benzolsulfohloramid cinka.

Primer 11.

30 gr benzimidazol-4-sulfonske kiseline rastvore se u 225 cm³ normalne natrijeve lužine i dodaje mu se 13 gr p-toluolsulfa-

mida. Po dodatku od 9.4 gr bakarnog sulfata ($5H_2O$) u 20%-nom vodenom rastvoru, dodaje se polako uz hlađenje i mešanje 50 cm³ 12%-nog rastvora natrijevog hipohlorita, pri čemu prvobitno nastali talog ide u rastvor. Zatvoreno plavi rastvor razređuje se sa vodom na 400 cm³ i sadrži 4.5% p-toluolsulfahloramid bakra.

Primer 12.

U jedan rastvor od 11.7 p-dietilaminoetoksibenzimidacola (opisano u nemačkoj pat. prijavi J 42202 IVa/12 p primer 19 u 50 cm³ n/1 HCl unosi se uz hlađenje i mešanje 2.36 gr hloramid bakra p-toluolsulfonske kiseline (spravljenog pomoću taloženja jednog rastvora p-toluolsulfonske kiseline hloramid natrijuma sa bakarnim sulfatom). Dobija se zatvoreno plavo-zeleeni rastvor, koji se može po volji razrediti.

Primer 13.

15 gr hloramid srebra (naftalin- β -sulfonske kiseline rastvara se uz mešanje u jednoj mešavini od rastvora od 30 gr benzimidacolsulfonske kiseline u 165 cm³ n/1 NaOH i 200 cm³ vode, a zatim se rastvor dalje razređuje sa vodom na 750 cm³. Dobija se jedan skoro bezbojan 2%-ni rastvor naftalin- β -sulfonske kiseline hloramid srebra.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za spravljanje vodenih rastvora jedinjenja teških metala aromatič-

nih halogenilsulfamida, naznačen time, što se aromatični halogenilsulfamidi, jedinjenja teških metala i jedinjenja, koja sadrže azot i koja su supstituisana kiselim ili bazisnim grupama, sposobnim za stvaranje soli teških metala rastvorljivih u vodi, združuju u prisustvu vode u skoro neutralne produkte.

2. Oblik izvođenja postupka prema zahtevu 1, naznačen time, što se jedinjenja teških metala aromatičnih halogenilsulfamida i stvaraoci kompleksa, koji sadrže azot pomenuti u zahtevu 1, združuju u vodi u skoro neutralan rastvor.

3. Oblik izvođenja postupka prema zahtevu 1, naznačen time, što se stvaraoci kompleksa, koji sadrže azot a pomenuti su u zahtevu 1, prevode u njihove kompleksne soli teških metala i što se poslednje dovode u reakciju u vodenom rastvoru sa solima halogenilsulfamida rastvorljivim u vodi.

4. Oblik izvođenja postupka prema zahtevu 1, naznačen time, što se u vodi rastvorljive soli halogensulfamida zajedno sa jednim stvaraocem kompleksa koji sadrži azot, a pomenut je u zahtevu 1, rastvaraju u vodi i što se dovode u reakciju sa rastvorljivim u vodi solima teških metala, dvostrukim solima, ili njihovim ekvivalentima, kao oksidima i hidrooksidima.

5. Oblik izvođenja postupka prema zahtevu 1 do 4, naznačen time, što se upotrebljavaju mesto u vodi rastvorljivih soli halogenilsulfamida molekularne količine aromatičnih sulfamida i u vodi rastvorljivi hipohloriti.

