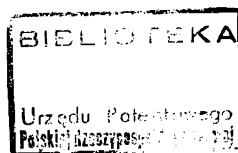


7 stycznia 1932 r.

COTC 149/28

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 14957.

Kl. 12 q 18.

Chemische Fabrik vormals Sandoz
(Bazylea, Szwajcaria).

Sposób otrzymywania niebarwiących tio-pochodnych fenoli.

Zgłoszono 7 lutego 1930 r.

Udzielono 9 listopada 1931 r.

Pierwszeństwo: 13 lutego 1929 r. (Wielka Brytania).

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania niebarwiących, zawierających siarkę, pochodnych fenoli, polegający na tem, że fenol, jego homologi albo produkty podstawienia jak krezole, chlorowco-fenole albo kwasy fenolo-karbonowe ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną z mlekiem wapiennym i siarką, stosując więcej niż jeden mol siarki na jeden mol fenoli; tiopochodne wydzielone w postaci soli wapniowych przekształca się w znany sposób na łatwo rozpuszczalne sole alkaliczne i te ostatnie wydziela się w postaci sta-

łej z roztworu zapomocą wysolenia, odparowania lub podobnego zabiegu. Tak otrzymane bezpostaciowe produkty w słaboalkalicznym roztworze ciągną na bawełnę bezbarwnie, przyczem nadają jej zdolność utrwalania barwników zasadowych w sposób odporny na pranie.

Według patentów niemieckich Nr 400 242 i 409 782 siarkowanie fenoli w wodnym środowisku przeprowadza się w ten sposób, że fenole ogrzewa się z wodnymi roztworami alkaliów i siarką, przyczem tworzą się produkty o składzie zmiennym w

zależności od użytej ilości alkaliów względnie siarki, oraz zależnie od temperatury, przyczem należy zaznaczyć, że temperatura wrzenia cieczy nie jest stała, lecz stale wzrasta ze względu na coraz bardziej wzrastającą ilość rozpuszczonych w nich produktów siarkowania.

Od powyższych znanych sposobów niniejszy sposób różni się zasadniczo tem, że produkty reakcji nie pozostają w roztworze, lecz w miarę ich powstawania wydzielają się w postaci trudnorozpuszczalnych soli wapniowych, a tem samem nie podlegają niepożądanym reakcjom ubocznym. Skutkiem tego np. temperatura wrzenia cieczy pozostaje stała i wynosi stale około 100°C. A zatem siarkowanie odbywa się przy znacznie niższych temperaturach, niż to ma miejsce w znanych sposobach. Oba te czynniki razem są powodem nadzwyczaj korzystnego przebiegu siarkowania, do czego się przyczynia jeszcze okoliczność nieoczekiwana, a mianowicie, że fenolan wapniowy łatwiej reaguje z siarką, niż fenolany alkaliczne.

Sposób według wynalazku łatwo wykonalny technicznie w porównaniu z dotychczasowymi ma tę zaletę, że zamiast alkaliów można stosować tanie wapno, oraz że daje tiozwiązki w postaci soli wapniowych, które zapomocą podwójnej wymiany, np., z sodą można łatwo przeprowadzić w łatworozpuszczalne sole sodowe. Sole te otrzymane w postaci stałej z roztworów drogą odparowania, wysolenia i t. d. przedstawiają proszki o barwie zielonkawo-żółtej albo bronzowawo-żółtej, które z takim samym zabarwieniem mogą się rozpuścić w wodzie na roztwory przezroczyste, z których zapomocą kwasu można strącić wolne pochodne tio-fenoli w postaci szaro-białych kłaczkowatych mas. Sole sodowe, jak również wolne pochodne tio-fenoli są łatwo rozpuszczalne w alkoholu i acetonie.

Produkty otrzymane sposobem według

wynalazku różnią się od produktów wytworzonych według patentu niemieckiego Nr 400 242 i 409 782 oraz od znajdujących się w handlu zapraw, znanych pod nazwą Katanolu O i W, tem, że wykazują w znacznie silniejszym stopniu zdolność utrwalania barwników zasadowych na włóknach roślinnych, tak iż wystarcza użycie do tego celu dwa razy mniejszej ilości otrzymanych w myśl wynalazku związków. Jest to dowodem, że związki te różnią się od wyżej opisanych swoim składem chemicznym.

Przykład. 190 części technicznego kwasu karbolowego, dobrze mieszając, ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną z 56 częściami wapna, 160 częściami sproszkowanej siarki i 150 częściami wody dopóty, dopóki nie przestanie się wywiązywać siarkowodor, co następuje po 30 do 50 godzinach. Temperatura masy reakcyjnej w ciągu całej kondensacji wynosi 100°C. Przy końcu reakcji dodaje się do stopu, dobrze mieszając, 100 części wyprażonej sody i 300 części wody, gotuje się jeszcze godzinę i odsącza od wytworzonej kredy. Aby wyosobnić otrzymaną tio-pochodną, roztwór się stęży i wreszcie suszy w próżni.

Otrzymany produkt stanowi bronzowo-żółty proszek, bardzo łatwo rozpuszczalny w wodzie i bez dalszego oczyszczania zdolny jako zaprawa, jeśli postępować jak niżej.

Bawełnę albo wiskozę poddaje się działaniu 3%-owego roztworu siarkowanego produktu przy temperaturze 70° do 90°C w ciągu $\frac{3}{4}$ godziny z dodatkiem około 30 do 40% soli glauberskiej, następnie wyżyma się, płócze i w zwykły sposób barwi barwnikiem zasadowym. Otrzymuje się wybarwienia trwałe w praniu.

Jeśli zamiast fenolu użyć, np., chlorofenolu, *p*-krezolu, rezorcyny, kwasu salicylowego, beta-naftolu i t. d., to otrzymuje się podobne związki o wybitnych właściwościach zapraw.

Zastrzeżenie patentowe.

dza się w zwykły sposób w odpowiednie sole alkaliczne.

Sposób otrzymywania niebarwiących tio-pochodnych fenoli, znamienny tem, że fenol, jego homologi albo produkty podstawienia ogrzewa się z siarką i mlekiem wapiennem, poczem wytworzone trudno-rozpuszczalne sole wapniowe przeprowa-

Chemische Fabrik
vormals Sandoz.

Zastępca: Inż. dypl. M. Zoch,
rzecznik patentowy.