

Opublikowano dnia 30 lipca 1955 r.



C07c 143/24

PÓLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 37649

Kl. 12 o, 23/01

Instytut Barwników i Półproduktów*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania syntetycznego garbnika żelazowego

Udzielono patentu z mocą od dnia 11 stycznia 1954 r.

Jak wiadomo sole żelazowe kwasów wielokarboksylowych i benzenosulfodwukarboksylowych wykazują właściwości garbujące.

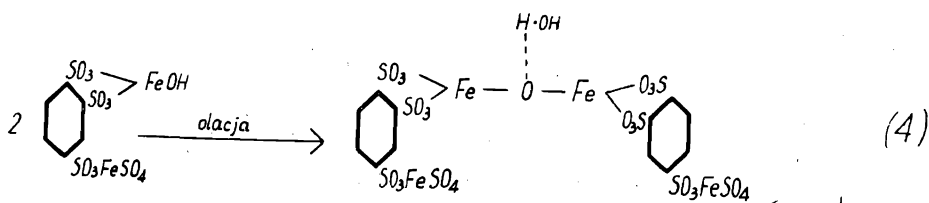
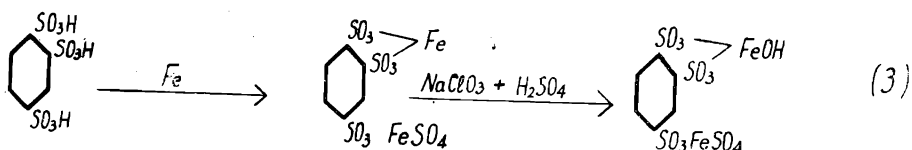
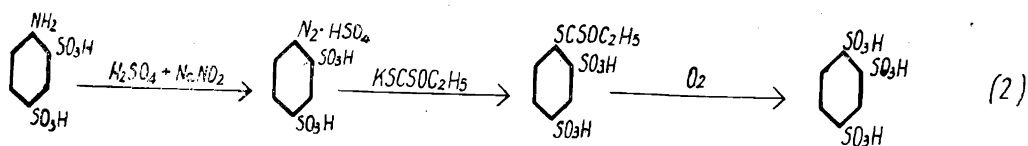
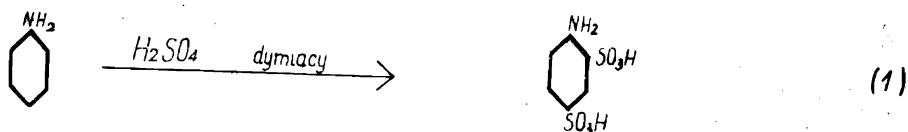
Stwierdzono obecnie, że szczególnie trwałe syntetyczny garbnik żelazowy stanowią sole trójwartościowe żelaza kwasów benzenotrójsulfonowych, w których dwie grupy sulfonowe znajdują się względem siebie w położeniu orto. Kwasu tego otrzymuje się według wynalazku z kwasu 1-amino-2,4-benzenodwusulfonowego przez dwuazowanie i przeprowadzenie otrzymanego związku dwu-

azowego działaniem ksantogenianu potasowego i przez utlenianie w kwas benzenotrójsulfonowy, na który działa się opiłkami żelaza i otrzymaną sól żelazawą utlenia na sól żelazową. Stwierdzono ponadto, że sole żelazowe kwasów antracenotrójsulfonowych lub wyższych węglowodorów o pierścieniach skondensowanych posiadają również właściwości garbujące.

Rotwór wodny wytworzonego produktu o barwie brunatno-czerwonej wykazuje właściwości garbujące o dużej adstryngencji, co wskazywałoby na zjawisko olacji.

Reakcje chemiczne prowadzące do uzyskania substancji garbującej można ująć następującym schematem:

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Kazimierz Okoń i Jan Froelich.



Po doprowadzeniu pH roztworu do wartości 2,0—2,5 produkt wykazuje właściwości garbujące i dostateczną trwałość.

Przykład I. 60 części wagowych aniliny ogrzewa się z 120 częściami wagowymi dymiącego kwasu siarkowego w temperaturze 140—180° C w czasie 5 godzin. Masę reakcyjną chłodzi się i rozcieńcza wodą w celu wytrącenia kwasu 1-amino-2,4-benzenodwusulfonowego.

60 części wagowych kwasu 1-amino-2,4-benzenodwusulfonowego rozpuszczonego w 100 częściach wody zadaje się 20 częściami wagowymi stężonego kwasu siarkowego i 9 częściami wagowymi NaNO_2 rozpuszczonymi w 50 częściach wody w temperaturze poniżej 5° C.

Na związek dwuazoniowy działa się 40 częściami wagowymi ksantogenu potasu rozpuszczonego w 100 częściach wody. Całość ogrzewa się do tem-

peratury około 100° C w czasie 8—12 godzin, przedmuchując powietrzem po całkowitym wydzielaniu się azotu. Produkt zakwasza się dodatkowo 25 częściami wagowymi stężonego kwasu siarkowego.

Do wodnego roztworu kwasu 1,2,4-benzenotrójsulfonowego i kwasu siarkowego wprowadza się porcjami 30 części opilek żelaza w temperaturze 50—70° C, po czym dodaje się 8 części wagowych chloranu sodu w temperaturze 50—80° C.

Roztwór oziębia się poniżej 40° C i zadaje amoniakiem w takiej ilości, aby uzyskać pH=2,3—2,5.

Przykład II. Przy wytwarzaniu kwasu 1,2,4-benzenotrójsulfonowego postępuje się jak w przykładzie I. Różnica polega na tym, że do wodnego roztworu tego kwasu bez dodatkowego zakwaszenia kwasem siarkowym wprowadza się porcjami 10 części wagowych opilek żelaza w temperatu-

rze 70—100° C, po czym dodaje się 8 części wagowych chloranu sodu w temperaturze 50—80° C.

Roztwór substancji garbującej wykazuje Ph=2,3—2,5.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania syntetycznego garbnika żelazowego, znamienny tym, że kwas 1-amino-2,4-benzenosulfonowy dwuazuje się i na otrzymany związek dwuazoniowy działa się ksantogenianem potasu a następnie produkt otrzymany utlenia na kwas benzenotrójsulfonowy, w którym dwie grupy sulfonowe znajdują się

względem siebie w położeniu orto i który przeprowadza się w sól żelazawą a następnie przez utlenianie w sól żelazową.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że zamiast kwasu aminobenzenodwusulfonowego stosuje się kwas aminoantraceno-dwusulfonowy, w którym grupa aminowa znajduje się w położeniu orto do jednej z grup sulfonowych.

Instytut Barwników
i Półproduktów

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych