

5 listopada 1932 r.

CO7C 143/50

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 16698.

Kl. 12 q 20.

J. R. Geigy A.-G.
(Bazylea, Szwajcaria).

Sposób otrzymywania garbników syntetycznych.

Zgłoszono 5 października 1931 r.

Udzielono 4 lipca 1932 r.

Pierwszeństwo: 10 listopada 1930 r. (Niemcy).

Wykryto, że, ogrzewając aromatyczne kwasy sulfonowe, aldehyd mrówkowy i oksydwuarylosulfony w roztworze kwaśnym, otrzymuje się produkty o dobrych właściwościach garbujących. Zamiast aromatycznych kwasów sulfonowych można również stosować ich produkty kondensacji z aldehydem mrówkowym lub chlorkiem siarki. Trudnorozpuszczalne sulfony w ciągu kondensacji przechodzą do roztworu, dzięki czemu powstają produkty w każdym stosunku rozpuszczalne w wodzie, wykazujące w roztworze słabo kwaśnym dobre właściwości garbujące. Wytwarzają one obfite osady z chlorkiem żelaza i dają się z roztworów wytrącać solą kuchenną.

Stosunki ilościowe użytych składników oraz czas trwania ogrzewania mogą się wahać w szerokich granicach.

Przykład I. 100 części kwasu naftale-

nosulfonowego, otrzymanego po kilkogodzinnem ogrzewaniu 520 części naftalenu i 560 części stężonego kwasu siarkowego do temperatury 140 — 160°C aż do rozpuszczalności w wodzie, 100 części sulfonu (otrzymanego zapomocą 3-godzinnego ogrzewania 540 części fenolu ze 180 częściami 60% oleum do 170 — 180°C i po oddestylowaniu nadmiaru fenolu), 50 części wody i 45 części aldehydu mrówkowego (30%) ogrzewa się w ciągu około godziny w temperaturze 105 — 110°C. Otrzymany produkt rozpuszcza się dobrze w wodzie. Do celów garbowania nastawia się otrzymany związek przy pomocy ługów na słabą kwasowość i zapomocą wody doprowadza jego gęstość do 25° Bé. Wykazuje on silne właściwości strącania kleju analogicznie do garbników roślinnych, daje obfity osad z chlorkiem żelaza, a także daje się przy pomocy

wysolenia solą kuchenną łatwo otrzymywać w postaci stałej.

Przykład II. 100 części kwasu naftaleno-sulfonowego (otrzymanego według przykładu I), 10 części wody i 30 części aldehydu mrówkowego 30%-owego ogrzewa się w ciągu godziny w temperaturze 110 — 120°C. Po dodaniu 10 części aldehydu mrówkowego, 20 części wody i 50 części sulfonu, otrzymanego według przykładu I, ogrzewa się w ciągu godziny do 105—110°C. Otrzymany produkt obrabia się dalej jak w przykładzie I, poczem wykazuje on analogiczne właściwości.

Przykład III. 100 części kwasu naftaleno-sulfonowego (według przykładu I) stapia się i zadaje 40 częściami chlorku siarki. Następnie dodaje się 40 części wody, 30 części aldehydu mrówkowego i 50 części sulfonu (według przykładu I) i ogrzewa w ciągu godziny w temperaturze 105—110°C. Dalsza obróbka oraz właściwości produktu są takie, jak w przykładzie I.

Przykład IV. 100 części kwasu tetralinosulfonowego, otrzymanego przez ogrzewanie 100 części tetraliny i 110 części stężonego kwasu siarkowego do 120°C aż do rozpuszczalności w wodzie, 60 części wody, 30 części aldehydu mrówkowego 30%-owego i 70 części sulfonu, otrzymanego według przykładu I, ogrzewa się w ciągu około godziny w temperaturze 105 — 110°C.

Dalsza obróbka i właściwości produktu są, jak w przykładzie I.

Przykład V. 65 części surowego krezolu ogrzewa się z 65 częściami kwasu siarkowego w ciągu godziny do 110°C. Po ostudzeniu i rozcieńczeniu 13 częściami wody powstały produkt kondensuje się na zimno z 20 częściami aldehydu mrówkowego 30%-owego. Po dodaniu 65 części ługu sodowego 37%-owego, 20 części aldehydu mrówkowego 30%-owego i 40 części sulfonu, otrzymanego według przykładu I, ogrzewa się w ciągu półtorej godziny w temperaturze 105° — 110°C. Otrzymany związek

kwasu tetralinosiarkowego jest na zimno trudniej rozpuszczalny od produktu, otrzymanego według przykładu I, lecz poza tem wykazuje takie same właściwości.

Przykład VI. Zamiast sulfonu, użytego w przykładzie I, stosuje się produkt otrzymany w taki sam sposób przy użyciu surowego fenolu, składającego się prawie z równych części fenolu i orto-krezolu.

Przykład VII. Postępuje się analogicznie, jak w przykładzie I, z tą różnicą, że się stosuje sulfon, otrzymany w następujący sposób: 216 części surowego krezolu, złożonego z orto-, meta- i para-krezoli, miesza się ze 180 częściami 60%-owego oleum i ogrzewa w ciągu pół godziny do 110°C. Po dodaniu 324 części fenolu ogrzewa się w ciągu trzech godzin w temperaturze 170 — 190°C i nadmiar fenolu oddestylowuje w próżni.

Przykład VIII. Postępuje się analogicznie, jak w przykładzie I, jednak zamiast sulfonu, wytworzonego z fenolu stosuje się produkt, otrzymany w następujący sposób: 200 części kwasu naftalenosulfonowego, opisanego w przykładzie I i otrzymanego z naftalenu i kwasu siarkowego, ogrzewa się z 20 częściami oleum w ciągu pół godziny do 120°C. Po dodaniu 200 części fenolu ogrzewa się mieszaninę w ciągu trzech godzin w temperaturze 170 — 180°C. Nadmiar fenolu oddestylowuje się w próżni.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania garbników syntetycznych, znamienny tem, że oksydwuarylosulfony ogrzewa się w roztworze kwaśnym z aldehydem mrówkowym w obecności aromatycznych kwasów sulfonowych, względnie produktów kondensacji tych kwasów z aldehydem mrówkowym lub chlorkiem siarki.

J. R. Geigy A. - G.

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