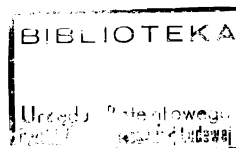


15 czerwca 1929 r.



C096 49/02

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

## OPIS PATENTOWY

Nr 9904.

Kl. 22 <sup>a, 49/02</sup> ~~4~~

Raymond Vidal  
(Asnières, Francja).

## Sposób sporządzania barwników czarnych.

Zgłoszono 7 stycznia 1928 r.

Udzielono 23 stycznia 1929 r.

Pierwszeństwo: 8 stycznia 1927 r. (Francja).

Dwunitro- lub trójnitrofenole oddzielnie lub zmieszane, dodane do nitrozo-orto- lub metakrezolu, uprzednio zredukowanego w roztworze siarczku sodowego, dają przez zagotowanie z wielosiarczками alkalicznymi barwniki czarne. Barwniki te nie stosowane w farbiarstwie, nie ustępują pod względem intensywności czarnym barwnikom siarkowym dotychczas znanym.

Stwierdzono, że jeśli się przemieni porządek reakcji, a mianowicie gdy spowoduje się najpierw reakcję fenolu dwu- lub trójnitrowanego z siarczkiem sodowym i doda następnie pochodną nitrozowaną, a zakończy działaniem wielosiarczku alkalicznego — wówczas intensywność uzyska-

nego barwnika rośnie czterokrotnie, a odcień zyskuje. Wynik ten jest szczególnie widoczny, jeśli się zastąpi wytrącanie powietrzem i kwasem przez wytrącanie powietrzem i solami amonowymi.

Przykład. Do zbiornika żelaznego, zaopatrzonego w mieszałkę mechaniczną, w chłodnicę odpływową i w podwójne ściany, pozwalające na dopuszczenie naprzemian zimnej wody i pary, wprowadza się

|                                  |        |
|----------------------------------|--------|
| siarczku sodowego krystalicznego | 100 kg |
| wody                             | 140 l. |

Po zmieszaniu i rozpuszczeniu dodaje się dwunitrofenolu 1, 2, 4      22 kg 500

Reakcja odbywa się z początku na zimno, a później ogrzewa się aż do redukcji. Następnie oziębia się i dodaje:

|                               |        |
|-------------------------------|--------|
| nitrozo-orto- lub metakrezolu | 35 kg  |
| albo nitrozofenolu            | 31 kg. |

Reakcję przeprowadza się na zimno, a następnie ogrzewa się aż do rozpoczęcia reakcji. Wtedy wstrzymuje się dopływ pary i pozostawia reakcję samej sobie. Gdy reakcja uspokoiła się, dodaje się na zimno wielosiarczku sodowego, uzyskanego, mieszając na gorąco aż do rozpuszczenia się 110 kg siarczku sodowego krystalicznego i 60 kg kwiatu siarkowego.

Po dodaniu wielosiarczku podnosi się temperaturę aż do wrzenia, w której utrzymuje się przez 6 do 7 godzin, aż do zniknięcia zabarwień przejściowych. Czynność tę wykonywa się, pozwalając odparowanej wodzie po skropleniu się spłynąć do przyrządu zpowrotem.

Po ukończeniu tej czynności, zwiększyła się objętość mieszaniny o objętość wody i jest utleniona przez strumień powietrza. Temperaturę podnosi się następnie aż do wrzenia i strąca przez dodatek soli amonowej. Wydzielony barwnik sączy się, myje i suszy.

Można dwunitrofenol zastąpić częściowo lub w całości przez trójnitrofenol, zwiększając ilość siarczku sodu, użytego na pierwszym miejscu.

Otrzymane barwniki stają się płynne przez bezpośrednie zmieszanie z krystalicznym siarczkiem sodowym.

#### Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób sporządzania czarnych barwników siarkowych, znamienny tem, że oddziaływa się uprzednio siarczkiem sodowym na fenole dwu- lub trójnitrowane i poddaje następnie działaniu nitrozofenoli lub krezoli na produkt reakcji, aby ją wkońcu traktować wielosiarczkiem alkalicznym.

2. Sposób wytrącania czarnych barwników siarkowych z ich roztworów wodnych, znamienny tem, że oddziaływa się solami amonowymi po uprzednim utlenieniu powietrzem lub bez niego.

3. Sposób upłynnienia barwników, znamienny tem, że traktuje się je siarczkiem sodowym krystalicznym.

Raymond Vidal.

Zastępca: Dr. techn. A. Bolland,  
rzecznik patentowy.