

URZĄD PATENTOWY

C07c 143/50



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 20542.

Kl. 12 q, 20/04.

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

Sposób wytwarzania garbników syntetycznych.

Patent dodatkowy do patentu Nr 16698.

Zgłoszono 23 września 1933 r.

Udzielono 21 września 1934 r.

Pierwszeństwo: 29 września 1932 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do dnia 4 lipca 1947.

Sposób kondensacji aromatycznych kwasów sulfonowych, dwuoksyduarylosulfonów i aldehydu mrówkowego w kwaśnym środowisku, opisany w patencie Nr 16698, daje wyniki niezadowalające w przypadkach, gdy stosowany dwuoksyduarylosulfon albo użyty aromatyczny kwas sulfonowy stał się zbyt mało reaktywny, wskutek odpowiedniego podstawienia. Dobremu przebiegowi reakcji może również stać na przeszkodzie trudna rozpuszczalność pewnych dwuoksy-dwufenylo-sulfonów.

Obecnie wykryto, że można tym niedogodnościom zapobiec w ten sposób, że najpierw poddaje się kondensacji dwuoksyduarylosulfony i aldehyd mrówkowy w

środowisku alkalicznym, a następnie otrzymane produkty kondensacji ogrzewa się z aromatycznymi kwasami sulfonowymi w roztworze kwaśnym.

Okazało się, że dzięki temu następuje równomierny i spokojny przebieg reakcji i można otrzymywać produkty, których wytwarzanie według patentu Nr 16698 jest bardzo utrudnione albo wogóle niemożliwe. Niespodziewanie okazało się, że skóry, wygarbowane temi garbnikami, są odporniejsze na działanie światła od skór, wygarbowanych zapomocą garbników, otrzymywanych według patentu Nr 16698.

Zamiast dwuoksyduarylo-sulfonów można również stosować ich produkty pod-

stawienia w rdzeniu, jak również produkty eteryfikacji fenolowych grup wodorotlenowych. Różumie się oczywiście, że stosunki ilościowe używanych składników mogą się wahać w szerokich granicach; temperatura i czas trwania ogrzewania również nie są ściśle związane z danymi, przytoczonymi w następujących przykładach.

Przykład I. 120 części wagowych dwumetylo - dwuoksy - dwufenylo-sulfono-karbinolu, otrzymywanego przez ogrzewanie w ciągu 24 godzin 100 cz. wag. dwumetylo-dwuoksy-dwufenylo-sulfonu z 72 cz. wag. 40%-wego ługu sodowego, 88 cz. wag. wody i 48 cz. wag. aldehydu mrówkowego w temperaturze 50°C i następujące potem ostrożne strącenie kwasem solnym, ogrzewa się w ciągu godziny do 106°C ze 100 cz. wag. kwasu naftaleno-sulfonowego (otrzymywanego przez kilkogodzinne ogrzewanie 520 cz. wag. naftalenu i 560 cz. wag. 93%-wego kwasu siarkowego aż do rozpuszczania się wytwarzanego produktu w wodzie) i 50 cz. wag. wody. Otrzymany produkt kondensacji jest łatwo rozpuszczalny w wodzie, a do celów garbowania zobojętnia go się tak, ażeby kąpiel garbarska wykazywała również odczyn obojętny wobec wskaźnika kongo.

Przykład II. 120 cz. wag. dwu-oksy-dwufenylo-sulfono-karbinolu, otrzymywanego przez ogrzewanie w ciągu 24 godzin w temperaturze 50°C 100 cz. wag. dwuoksy-dwufenylo-sulfonu z 80 cz. wag. 40% ługu sodowego, 80 cz. wag. wody i 48 cz. wag. aldehydu mrówkowego i następujące potem ostrożne strącenie kwasem solnym, ogrzewa się w ciągu 1¼ — 1½ godziny w temperaturze 106 — 110°C ze 100 cz. wag. kwasu sulfonowego eteru dwufenylo-glikolowego (otrzymywanego przez ogrzewanie w ciągu 1½ godz. 100 cz. wag. eteru dwufenylo-glikolowego ze 110 cz. wag. 93%-wego kwasu siarkowego w temperaturze 110°C), oraz z 50 cz. wag. wody. Tak otrzymany produkt przerabia się dalej, jak w

przykładzie I; skóry, garbowane tym garbnikiem, są bardzo jasne o doskonałej odporności na działanie światła.

Przykład III. 120 cz. wag. dwuoksy-dwufenylo-sulfono-karbinolu, otrzymywanego według przykładu II, 100 cz. wag. kwasu sulfonowego jednoeteru o-chloro-fenolo - glicerynowego (otrzymywanego przez kilkogodzinne ogrzewanie 100 cz. wag. jednoeteru o-chloro-fenolo-glicerynowego z 80 cz. wag. 93%-wego kwasu siarkowego w temperaturze 90°C) i 50 cz. wag. wody ogrzewa się w ciągu 1½ godz. w temperaturze 105 — 110°C. Otrzymany produkt, bardzo wrażliwy na elektrolity, zobojętnia się ługiem, wysala i suszy. Do garbowania stosuje się suchy produkt z dodatkiem 10% fluoro-krzemianu sodowego.

Przykład IV. 120 cz. wag. dwuoksy-dwufenylo-sulfono-karbinolu, otrzymywanego według przykładu II, 100 części kwasu anizolo-sulfonowego (otrzymanego przez 2 godzinne ogrzewanie 100 części anizolu ze 120 cz. wag. 93%-wego kwasu siarkowego w 110°C) i 50 cz. wag. wody ogrzewa się przez 1½ godz. w temperaturze 105 — 110°C. Otrzymany produkt wykazuje podobne własności, jak produkt, otrzymywany według przykładu III; przerabia się go do garbowania w podobny sposób.

Przykład V. 120 cz. wag. dwuoksy-dwufenylo-sulfono-karbinolu ogrzewa się w ciągu 1½ godziny w temperaturze 105 — 110°C ze 100 cz. wag. kwasu sulfonowego jednoeteru fenologlikolowego (otrzymywanego przez 1½ godz. ogrzewanie 100 cz. wag. jednoeteru fenolo-glikolowego ze 110 cz. wag. 93%-wego kwasu siarkowego) i 50 cz. wag. wody. Otrzymany produkt traktuje się dalej, jak w przykładzie I.

Przykład VI. 120 cz. wag. karbinolu, wytworzonego według przykładu II, zamiast strącać kwasem solnym, eteryfikuje się, w obecności ługu, zapomocą 20 cz. wag. chloro-hydryny gliceryny a następnie strąca kwasem solnym. Otrzymaną żywicę ogrze-

wa się do 106° — 110°C ze 100 cz. wag. kwasu naftaleno-jednosulfonowego (otrzymywanego według przykładu I) i 50 cz. wag. wody w ciągu 1½ godz. Otrzymany produkt przerabia się dalej, jak w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania garbników syntetycznych według patentu Nr 16698, zna-

mienny tem, że najpierw poddaje się kondensacji dwuoksyduarylosulfony, względnie ich produkty podstawienia, z aldehydem mrówkowym w środowisku alkalicznem, a następnie otrzymane produkty kondensacji ogrzewa się z aromatycznymi kwasami sulfonowymi w roztworze kwaśnym.

J. R. Geigy A.-G.

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