

30 czerwca 1932 r.

2

URZĄD PATENTOWY



B01f 17/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 16142.

Kl. 23 c 2.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Frankfurt n. M., (Niemcy).

Sposób otrzymywania roztworów wodnych lub emulsyj związków organicznych nierozpuszczalnych w wodzie i zastosowania tych roztworów lub emulsyj.

Zgłoszono 4 grudnia 1926 r.

Udzielono 2 kwietnia 1932 r.

Pierwszeństwo: 7 grudnia 1925 r. dla zastrz. 5; 20 stycznia 1926 r. dla zastrz. 2;
10 marca 1926 r. dla zastrz. 3 i 4; 2 lipca 1926 r. dla zastrz. 1 (Niemcy).

Wykryto, że można otrzymać roztwory przezroczyste związków organicznych w wodzie nierozpuszczalnych lub trudnorozpuszczalnych, skoro związki rzeczne rozpuścić w wodzie razem z kwasami sulfonowymi lub solami sulfonowymi związków alifatycznych, np. kwasów tłuszczowych lub ich estrów, z produktami sulfonowania alifatycznych olejów smołowych, olejów mineralnych, z kwasami naftenowymi i t. d. Aby otrzymać roztwory przezroczyste należy ciała rzeczne stosować w określonych stosunkach ilościowych, mogących się jednak wahać w pewnych granicach. Stosunek

ilościowy można każdorazowo określić za pomocą zwykłej próby. W sposób podany można z łatwością rozpuścić np. węglowodory w wodzie nierozpuszczalne, alkohole, estry, ketony, aminy aromatyczne i inne trudno lub nierozpuszczalne związki organiczne. Otrzymane w ten sposób roztwory można stosować do licznych celów, zwłaszcza do wytwarzania emulsyj, które otrzymuje się z łatwością np. przez rozcieńczenie roztworów wodą. Bardzo często korzystnie jest stosować sole amonowe wspomnianych kwasów sulfonowych.

Jak okazało się dalej, ciała w wodzie

nierozpuszczalne lub trudnorozpuszczalne, natomiast rozpuszczalne w rozpuszczalnikach organicznych, lub w mieszaninie rozpuszczalników, jako to żywice, żywice sztuczne, barwniki, szczególnie barwniki kadziowe lub bezpośrednie, lakiery, estry błonnikowe, kauczuk, aminy aromatyczne i t. d., można w wodzie rozpuścić lub rozpylić, skoro roztwory lub zawiesiny tych ciał w rozpuszczalnikach organicznych, lub w mieszaninie tychże obrobić wodą w obecności kwasów sulfonowych, lub soli sulfonowych związków aromatycznych lub alifatycznych, zwłaszcza związków wykazujących znaczną zdolność zwilżania. Nadają się szczególnie w tym celu kwasy sulfonowe lub sole sulfonowe węglowodorów aromatycznych lub ich pochodnych z jedną lub kilku grupami chlorowcowemi, wodorotlenowemi, nitrowemi, karboksylowemi lub aminowemi, przyczem węglowodory odpowiednie zawierają jedną lub kilka grup alkylowych, aralkylowych lub aryłowych lub reszt hydroaromatycznych bądź w pierścieniu zasadniczym, bądź w grupie podstawionej, bądź też i w pierścieniu i w grupie podstawionej. Grupy alkylowe i t. d. mogą również łączyć kilka reszt węglowodorowych. Nadają się zwłaszcza np. produkty, otrzymane działaniem na kwasy naftaleno-sulfonowe alkoholi propylowego lub normalnego butylowego lub izobutylowego lub też cykloheksanolu lub innych alkoholi; nadają się również sole tych produktów, względnie ich produkty kondensacji z aldehydami, następnie kwas dwumetyloamino-sulfonowy, benzylosulfanilowy, butylosulfanilowy, butyloaminonaftaleno-sulfonowy, dwuetylometanilowy, produkty, otrzymywane działaniem chlorków alkylowych lub aryłowych np., chlorku benzyłowego na naftoloetery, np. na eter β -naftolopropylowy, butylowy lub amyłowy i następującem potem sulfonowaniem, dalej kwasy sulfonowe związków alifatycznych np. olejów alifatycznych smołowych, olejów mineralnych,

arylidów kwasów tłuszczowych jak np. a-nilidosulfonian sodowy kwasu stearynowego i t. d. lub sole tych kwasów sulfonowych. Dodając koloidów np. kleju, żelatyny, gumy arabskiej lub innych ciał, działających rozszczepiająco (fizycznie) między innemi siarczynowych ługów odpadkowych, mydła, oleju tureckiego, można działanie ciał powyższych jeszcze zwiększyć.

W sposób podany powyżej udało się wprowadzić do roztworu wodnego w postaci bardzo rozdrobionych cząsteczek lub nawet rozpuścić całkowicie np. żywice pochodzenia naturalnego lub sztucznego, barwne lub bezbarwne laki wszelkiego rodzaju, barwniki kadziowe, barwniki bezpośrednie, etery lub estry błonnikowe, aromatyczne aminy i ciała podobne, wskutek czego ciała powyższe można stosować w przemyśle w sposób całkowicie odmienny. Odporność podobnych roztworów i zawiesin na działanie kwasów, alkaliów i soli, zależnie od wyboru zastosowanych domieszek, jest różna i często bardzo wysoka.

Roztwory wodne i zawiesiny, otrzymywane w sposób powyższy nadają się do u-szlachetniania wszelkiego rodzaju mate-ryałów pochodzenia naturalnego i sztucz-nego. Można je np. stosować do apretury i barwienia wełny, jedwabiu, bawełny, je-dwabiu sztucznego, papieru, skóry, drze-wa, jako farby drukarskie i malarskie, far-by natryskowe i t. d.

W sposób powyższy np. barwniki i lakiery, które wskutek swej nierozpuszczalności można było stosować tylko do pewnych celów i w sposób określony, udało się przeprowadzić w stan takiego rozdrobnienia, iż można je było stosować z łatwością do wszystkich włókien. Otrzymywane np. w ten sposób roztwory względnie zawiesiny barwników siarkowych, indantrenowych, indygowych i innych barwników kadziowych, jak również tworzących laki barwników, zasad barwnikowych i t. d., dają zabarwienia trwałe na włóknach dowolnych np. na weł-

nie, bawełnie, jedwabiu, włóknach sztucznych i t. d.

Można ponadto otrzymywać zawiesiny, emulsje lub roztwory ciał organicznych w cieczach organicznych lub nieorganicznych, w których ciała te są nierozpuszczalne lub trudnorozpuszczalne, skoro rzeczono ciała organiczne obrobić w obecności kwaśnych estrów arylowych kwasu fosforowego lub jego soli cieczami organicznymi lub nieorganicznymi. Można przytem do ciał obrabianych oprócz kwaśnych estrów arylowych kwasu fosforowego dodać również inne środki emulgujące lub rozpuszczalniki. W warunkach sprzyjających rozdrobnienie (rozszczipienie) ciał jest tak znaczne, iż otrzymuje się roztwory przezroczyste.

Można np. z łatwością otrzymać w sposób opisany ostatnio roztwory, emulsje lub zawiesiny wyższych alifatycznych lub hydroaromatycznych alkoholi, ketonów, substancyj w rodzaju tłuszczów, jako to kwasów olejowych, zasad aromatycznych i związków tlenowych, węglowodorów, barwników i t. d. Niekiedy jest korzystnie stosować mieszaniny ciał organicznych rozpuszczalnych lub wytwarzających emulsję, np. węglowodory zmieszane z cykloheksanonem i mieszaniny podobne. W licznych wypadkach otrzymuje się roztwory przezroczyste lub lekko opalizujące, dające się bez rozdzielania rozcieńczać wodą. Można stosować związki fosforowe również łącznie z innymi rozpuszczalnikami lub środkami wytwarzającymi emulsję, jak mydło, kwasy sulfonowe rozmaitego rodzaju, nadających w ten sposób mieszaninie jeszcze szczególne własności, jak np. wysoką zdolność zwilżania i t. d.

Ogólny sposób postępowania polega na tem, że organiczne ciała wprowadza się do wodnych roztworów soli kwaśnych fosforanów arylowych, można jednak niejednokrotnie kwaśne estry aryłowe kwasu fosforowego lub jego soli, z domieszką lub bez

domieszki innych ciał, rozpuścić w związkach organicznych lub zmieszać je z temi ostatnimi. Preparaty podobne dają po zadaniu wodą trwałe roztwory, emulsje lub zawiesiny.

Otrzymane w sposób opisany powyżej lub w jakikolwiek bądź inny, z dodaniem środków rozszczepiających (fizycznie) wodne roztwory, emulsje lub zawiesiny amin aromatycznych, można z korzyścią stosować do trwałego barwienia włókien drogą utleniania.

W znanych dotychczas sposobach aminy aromatyczne stosuje się w postaci rozpuszczalnych w wodzie soli, najczęściej soli kwasów mineralnych np. solnego. Aby zmniejszyć niebezpieczeństwo uszkodzenia włókien, nieodłączne przy zużyciu soli kwasów mocnych, proponowano już stosować winiany lub sole zasadowe amin aromatycznych, jednak podobne metody pracy związane są ze znacznymi trudnościami technicznymi. Stosując powyżej wspomniane wodne roztwory, emulsje lub zawiesiny amin aromatycznych, udało się otrzymać bez wystawiania włókien na niebezpieczeństwo uszkodzenia, zabarwienia o takiej samej trwałości, jak i zapomocą soli rozpuszczalnych w wodzie.

Aminy aromatyczne można rozszczepić w wodzie w postaci nadzwyczajnego rozdrobnienia w sposób dowolny, np. stosując, jak to opisano powyżej, kwasy sulfonowe związków organicznych, lub mydła, olej turecki, rozpuszczalniki jako takie lub w połączeniu z ciałami rzeczonymi, z dodatkiem lub bez dodatku koloidów ochronnych.

Sposób ten nadaje się do otrzymywania zabarwień trwałych na włóknach zwierzęcych, roślinnych i sztucznych, zarówno przy barwieniu w jednej kąpieli, jak i zapomocą utleniania. Można również barwienie skutecznie kilkakrotnie i metodę pracy dostosować do warunków zwykłych. Sposób nadaje się do barwienia materiału w stanie niedoprzędu przędzy i tkanin, do far-

bowania i drukowania, jak również można go stosować przy wywabach i rezerwach.

Przykład I. 1 kg kałafonji rozpuszcza się w 1 kg benzyny ciężkiej. Roztwór ten zarabia się roztworem soli sodowej izopropylowanego kwasu naftalenosulfonowego, do którego dodano ponadto kleju, na masę w postaci mazi, poczem rozcieńcza wodą, otrzymuje się emulsję żywicową bardzo trwałą, nadającą się doskonale do apretury.

Przykład II. Jedną część lakieru, zabarwionego nierozpuszczalnym w wodzie barwnikiem (lakieru spirytusowego, zaponowego, kopalowego) obrabia się wodnym roztworem mieszaniny, zawierającej sól sodową butylowanego kwasu naftalenosulfonowego i klej. W ten sposób otrzymuje się zabarwioną emulsję lakieru, nadającego się zarówno do farbowania, jak i do apretury.

Przykład III. 2 części lakieru, zawierającego nierozpuszczalny w wodzie organiczny barwnik np. fiolet indantrenowy RK w postaci koloidu, obrabia się 3 częściami 40% roztworu dwubutylosulfanilanu sodowego i rozcieńcza wodą. Z otrzymanej w ten sposób cieczy farbiarskiej barwnik indantrenowy w obecności kwasu ciągnie na wełnę, bawełnę, jedwab, jedwab sztuczny i t. d.

Przykład IV. 100 części wagowych dwukrezylofosforanu sodowego rozpuszcza się w 1000 części wagowych wody, poczem roztwór miesza się ze 174 częściami wagowymi cykloheksanonu. Otrzymany przezroczysty roztwór, można rozcieńczać wodą w stopniu dowolnym i stosować jako środek do prania. Zamiast cykloheksanonu można użyć prawie taką samą ilość cykloheksanolu.

Przykład V. 1000 cm³ 20% roztworu dwukrezylofosforanu miesza się z 75 g kwasu olejowego. Otrzymuje się roztwór przezroczysty, który można bardziej rozcieńczyć wodą. Roztwór można stosować np. w przemyśle włókienniczym.

Przykład VI. W 1000 cm³ 20% roztworu dwukrezylofosforanu rozpuszcza się 75 g aniliny. Roztwór lekko opalizuje; można go rozcieńczać wodą.

Przykład VII. 1000 cm³ nasyconego roztworu (około 35%) dwukrezylofosforanu miesza się ze 180 g mieszaniny, zawierającej 2 części wagowe cykloheksanonu i 1 części benzenu. Otrzymuje się mętny gęsty roztwór, który przy rozcieńczaniu wodą staje się przezroczysty.

Przykład VIII. 1000 cz. wag. błękitu indantrenowego RS w postaci pasty (porównać Farbstofftabellen G. Schultza 6 wyd. Nr 838) miesza się z 10 częściami wagowymi dwukrezylofosforanu sodowego i suszy. Otrzymuje się proszek, który po zadaniu wodą daje zawiesinę w wysokim stopniu rozdrobnioną.

Przykład IX. 1000 części wagowych złotego oranżu indantrenowego G w postaci pasty (porównać Farbstofftabellen G. Schultza 6 wydanie Nr 760) miesza się z 10 częściami dwufenylofosforanu sodowego, zamiast którego możnaby zastosować również sól innego kwasu dwuarylofosforowego, jak np. dwufenylofosforowego, poczem mieszaninę tę się suszy. Mieszanina, otrzymana w sposób powyższy w wodzie, tworzy zawiesinę bardzo rozdrobnioną.

Przykład X. 1 kg aniliny rozpuszcza się w 5 kg 20%-go roztworu dwuizopropylo-naftalenosulfonjanu lub dwubutyloanilinosulfonjanu sodowego. Roztwór całkowicie przezroczysty, po ewentualnem dodaniu wody, jest gotów do użytku: można nim np. napawać przędzę, a następnie utlenić ją w sposób znany, można go dodać do kąpieli, zawierającej dwuchromian potasowy i kwas siarkowy, poczem w kąpieli tej zanurzyć przędzę i utlenić; można go też zarobić zagęstnikiem i środkami utleniającymi, dodając ewentualnie substancyj działających katalitycznie, poczem produkt, otrzymany w ten sposób, stosować do drukowania.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania roztworów wodnych związków organicznych w wodzie nierozpuszczalnych lub trudnorozpuszczalnych, znamienny tem, że ciała te rozpuszcza się w wodzie zapomocą kwasów sulfonowych związków alifatycznych, a zwłaszcza kwasów sulfonowych, kwasów tłuszczowych lub estrów kwasów tłuszczowych, albo alifatycznych składników olejów smołowych lub mineralnych lub kwasów naftenowych, albo zapomocą soli tychże związków.

2. Sposób otrzymywania wodnych roztworów emulsyj lub zawiesin według zastrz. 1, znamienny tem, że roztwory, względnie zawiesiny ciał w wodzie nierozpuszczalnych, rozpuszczalnych natomiast w organicznych rozpuszczalnikach, albo ciał łatwo dających się rozproszyć obrabia się wodą w obecności kwasów lub soli sulfonowych związków aromatycznych lub alifatycznych, zwłaszcza związków mających wysoką zdolność zwilżania.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, zna-

mienny tem, że w celu otrzymywania wodnych emulsyj, zawiesin lub roztworów ciał organicznych stosuje się kwaśne estry aryłowe kwasu fosforowego lub ich sole, ewentualnie łącznie z rozpuszczalnikami lub innymi wytwarzającymi emulsję środkami.

4. Sposób według zastrz. 3, znamienny tem, że do otrzymywania zawiesin o znacznem rozdrobnieniu, emulsyj lub roztworów stosuje się ciała organiczne nierozpuszczalne lub trudnorozpuszczalne i kwaśne estry aryłowe kwasu fosforowego lub ich sole.

5. Odmiana sposobu według zastrz. 1—3, znamienna tem, że do barwienia zapomocą utleniania stosuje się rozpuszczone w wodzie albo wprowadzone do niej drobno rozproszone zapomocą działających rozpraszająco substancyj wolne aminy, otrzymywane według wzmiankowanych zastrzeżeń lub w sposób inny.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.