



Opublikowano dnia 30 lipca 1955 r.



C14c 3/18

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 37685

Kl. 28 a, 6

Instytut Barwników i Półproduktów *)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania substancji garbujących

Udzielono patentu z mocą od dnia 12 grudnia 1953 r.

Znane są różne sposoby wytwarzania substancji garbujących z dwuhydroksydwufenylosulfonów przez kondensację formaldehydową z kwasami sulfonowymi węglowodorów aromatycznych i fenolami w środowisku kwaśnym oraz z kwasami ligninosulfonowymi (ługami posiarczynowymi) w środowisku alkalicznym.

Sposób według wynalazku polega na kondensacji w środowisku alkalicznym w obecności formaldehydu, soli sodowej, kwasu 2-hydroksy-3,6-naftaleno-dwusulfonowego tak zwanej R-soli z żywicią i produktami rozpadu, wytworzonymi z dwuhydroksydwufenylosulfonów lub z dwuhydroksydwutolylosulfonów przez uprzednie działanie na nie formaldehydem w roztworze wodnym w granicach $\text{pH}=8-12$ w temperaturze powyżej 100°C .

W myśl wynalazku np. izomeryczne dwuhydroksydwufenylosulfony w przedstawionych warun-

kach reakcji ulegają częściowo hydrolizie na kwas 4-fenolosulfonowy i fenol pod wpływem alkalicznego roztworu alkoholu metylowego tworzącego się z formaldehydu w wyniku reakcji Cannizzaro, która towarzyszy reakcji głównej.

Może również zajść pyroliza, to jest rozpad cząsteczki dwuhydroksy-dwufenylosulfonu na 2 cząsteczki fenolu i SO_2 , przy czym ten ostatni może reagować z wodorotlenkiem sodu tworząc NaHSO_3 lub Na_2SO_3 .

Prócz tego pewna ilość sulfonu pozostaje nieprzereagowana. Nieprzereagowany sulfon oraz produkty jego rozkładu reagują następnie z formaldehydem z wytworzeniem żywicy łatwo kondensującej się z R-solą w środowisku alkalicznym w temperaturze powyżej 100°C .

Po zakwaszeniu i wysoleniu otrzymuje się produkt stały, żywicowaty rozpuszczalny w wodzie o właściwościach garbujących, przewyższających niektóre dotychczas produkowane syntany.

Przykład I. 100 g dwuhydroksy-dwufenylosulfonów rozpuszcza się w 150–300 g 6%-ego

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Krystyna Albińska, Kazimierz Okoń i Tadeusz Urbański.

wodorotlenku sodu i przy ciągłym mieszaniu wprowadza się 40 g 30%-ego formaldehydu w temperaturze poniżej 90°. Całość ogrzewa się około 5 godzin w temperaturze powyżej 100° C.

Do otrzymanej w ten sposób żywicy wprowadza się 70 g R-soli i 20 g 30%-ego formaldehydu i kondensuje się w środowisku alkalicznym w temperaturze powyżej 100° C przez około 15 godzin.

Wodny roztwór produktu zakwasza się kwasem solnym lub siarkowym do pH = około 2 w temperaturze około 90° C i zadaje się nasyconym roztworem siarczanu amonu do całkowitego wytrącenia się żywicy garbnikowej.

Przykład II. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tą jednak różnicą, że wytwarzanie żywicy z sulfonów i wtórną kondensację formaldehydową z R-solą dokonuje się przy pH = około 11, przy czym produkt wytrąca się całkowicie z wodnego roztworu już przy zakwaszaniu po pH = około 2.

Przykład III. 115 g dwuhydroksydwtolylsulfonów rozpuszcza się w 150—300 g 6%-ego wodorotlenku sodu i przy ciągłym mieszaniu wprowadza się 40 g 30%-ego formaldehydu w temperaturze poniżej 90°. Całość ogrzewa się około 6 godzin w temperaturze powyżej 100° C.

Do otrzymanej w ten sposób żywicy wprowadza się 70 g R-soli i 20 g 30%-ego formaldehydu i kondensuje się w środowisku alkalicznym w temperaturze powyżej 100° C przez około 15 godzin.

Wodny roztwór produktu zakwasza się kwasem solnym lub siarkowym do pH = około 2 w temperaturze około 90° C i zadaje się nasyconym roztworem siarczanu amonu do całkowitego wytrącenia się żywicy garbnikowej.

Przykład IV. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie III z tą jednak różnicą, że wytwarzanie żywicy z sulfonów i wtórną kondensację formaldehydową z R-solą dokonuje się przy pH = około 11, przy czym produkt wytrąca się całkowicie z wodnego roztworu już przy zakwaszeniu do pH = około 2.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania substancji garbujących, znamienny tym, że kondensuje się w środowisku alkalicznym w obecności formaldehydu solą sodową kwasu 2-hydroksy-3,6-naftalenodwusulfonowego (tak zwana R-sól) z żywicą i produktami rozpadu wytworzonymi z sulfonów aromatycznych przez działanie formaldehydu.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się izomeryczne dwuhydroksydwufenylsulfony lub izomeryczne dwuhydroksydwtolylsulfony same lub w mieszaninie.
3. Sposób według zastrz. 1—2, znamienny tym, że wytwarzanie żywicy i produktów rozpadu z sulfonów aromatycznych przeprowadza się w środowisku alkalicznym w granicach pH = 8—12 w obecności powstałego z formaldehydu alkoholu metylowego.
4. Sposób według zastrz. 1—3, znamienny tym, że produkt kondensacji zakwasza się kwasami nieorganicznymi i wysala z roztworu solami nieorganicznymi powstałymi przy zobojętnieniu lub celowo wprowadzonymi.

Instytut Barwników
i Półproduktów

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych