

(서울大學 工科大學 化學工學科) (4290.5. 受理)

## 4, 5-Diphenyl-Imidazolone의 合成及 螢光效果에 關한 研究

田 豊 鎮 金 亨 淑

### Synthesis of 4, 5-Diphenyl Imidazolone and Studies on its Fluorescent Effect

4, 5-Diphenyl Imidazolone is synthesized from Benzoin, Urea, and Acetic acid catalyser. Nowadays, it is being used as an optical bleaching agent for wool and nylon textiles. Up to now, only one process of synthesis has been known.

In order to find out the best conditions governing the yield were examined under various catalysts and conditions. In this experiment, the summary of results were as follows.

#### a. On Acetic acid catalyser.

The maximum yield conditions were mol ratio (Benzoin: Urea: Acetic acid) 1 : 2 : 14, Acetic acid concentration 99.9%. Reaction temperature 115°C. Under reaction time of 2 hours, above yield was 96.4%.

#### b. On Mineral acid Catalyser.

In using of Sulfonic acid, the color of solution was changed dark purplish black. With other mineral acid catalysts, in spite of increasing of temperature, it was proved that Benzoin floats on the solution, so that this reaction could not be continue.

#### c. On Phosphoric acid catalyser.

It was made clear that it can not be used for this reaction.

#### d. On Sodium hydroxide catalyser.

As one of Alkali catalyser, Sodium hydroxide was examined but this was unsuitable substance for this reaction.

#### e. On Formic acid catalysts.

The maximum yield conditions were mol ratio (Benzoin: Urea: Formic acid) 1 : 2 : 30. Formic acid concentration 85%. Reaction temperature 150~110°C. Under reaction time of 90 minutes, the best yield was 87%.

Hereby, it was proved that organic acids such as Acetic acid and Formic acid can be used. When using Acetic acid, the yield was better than Formic acid, but it takes longer reaction time than Formic acid.

About the fluorescent effect, the temperature of dye-bath must not be over 90°C. and the ratio of 4, 5 Diphenyl Imidazolone and water should be from 1:50000. to 1:10000. It proved that the best effect on textiles, and the best condition were dye-temperature near 70°C. and dye time 15 minutes.

College of Eng., Seoul National University

Poong Jin Jeon

Hyung Sook Kim

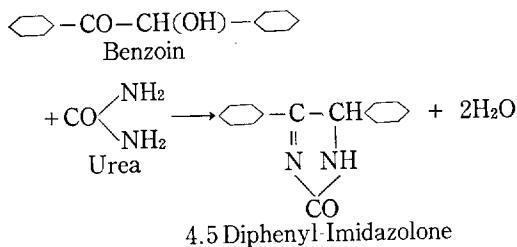
### I. 緒 言

螢光漂白劑中 比較的 優秀하다고 認定되는 4, 5-Diphenyl-Imidazolone의 合成에 關하여 Benzoin 과 尿素를 原料로 할 때의 最適한 諸條件 及 그 螢光效果에 對하여 研究한바를 報告코자 한다.

### II. 實驗方法及 裝置

#### 1) 實驗方法及 裝置

本物質 合成實驗에는 日本의 國產化學製의 Benzoin 과 其他 試藥은 美國의 J.B. Baker. 社製를 使用하였다.



### 合成法

10.6 g (1/20 mol)의 Benzoin, 5.9 g (1/10 mol)의 尿素及 42 g의 水醋酸(99.9%)의 混合物을 1 liter 三口후라스크中에서 逆流冷却下에 115°C로 2時間 加熱한다. 溶液의 色調는 처음 點은 赤橙色이었으나 約一時間後에 暗黃色으로 變한다. 이는 溶液을 冷却하기 前에 500c.c 비-커에 迅速히 移動해서 約3時間 放置한다. 다음에 析出한 白色片狀結晶의沈澱物을 에-텔로 깨끗이 씻은 後, 吸引濾過한다. 다음에 沈澱物을 加壓하여 水分을 除去한 後, 넓게 펴서 乾燥器中에서 一晝夜 經過시킨다. 다음 이 結晶과 水醋酸(99.9%) 80 c.c. 와의 混合物을 約30分間 100°C 内外로 加熱하여 淡黃色으로 透明케 된 液體를 160c.c. 的冷水中에攪拌하며 徐徐히 注入한다. 生成한 白色沈澱物을吸引濾過한 後 다시 500c.c. 비-커에서 100c.c. 的 물과 混合하여攪拌한 後吸引濾過한다. 이 析出物을 完全히 乾燥시켜 水分을 除去한 後, 이것을 다시 40c.c. 的 에-텔로 處理한 後 다시 濾過하고 이것을 空氣中에서 乾燥시키면 毛狀結晶으로, 融點 330°~335°C의 4,5-Diphenyl-Imidazolone 11.3 g (92~97% 收率)을 얻는다.

이 4,5-Diphenyl-Imidazolone을 Sulfonation 하여 螢光漂白劑로 하는데는 本物質 3g 와 濃硫酸(95.6%) 60c.c. 的 赤色混合物을 60°C로 30分間 加熱해서 Sulfonation 한다. 이 溶液을 約200c.c. 的 飽和食鹽水中에 注入하면 白色沈澱物이 生成한다. 이것을吸引濾過하고 硫酸乾燥器中에서 長時間 걸려 乾燥시킨 後粉碎해서 3.8g의 螢光漂白剤를 얻었다.

### 2) 實驗

#### a) Benzoin과 尿素의 量의 關係

Benzoin의 一定量에 對하여 尿素의 量을 變化시켜 收率과의 關係를 實驗함.

#### b) 総合劑의 影響

本實驗에 있어 総合劑로서 CH<sub>3</sub>COOH, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, NaOH, HCOOH를 使用함에 있어 收率과의 關係를 調査하여, 아울러 総合劑 없이도 實驗을 한다.

#### c) 濃度

水醋酸의 濃度는 99.9%에서 80까지를 實驗하며 蟻酸의 濃度는 88%에서 70%까지를 實驗한다. 其他 醋酸의 濃度 및 NaOH의 濃度는 大略 濃厚한것과 稀薄한것을 四·五回로 나누어 實驗한다.

#### d) 4,5-Diphenyl-Imidazolone의 分離及 精製

水醋酸 使用時의 生成物中에는 未反應 Benzoin과 尿素가 含有되어 있을것으로 보아 에-텔及 冷水로 數次洗滌한다. 蟻酸使用時 生成하는 一種의 脂肪酸은 미리 倾瀉시켜 除去한 後濾過한다. (이것은 反應時間의 延長에서 볼 수 있는 不溶性의 物質이다). 生成物의 融點(Roth氏法에 依하여 測定한다) 溶解性, 結晶狀態, 色調等을 確認하여 精製를 끝마친다.

#### e) Sulfonation

4,5-Diphenyl-Imidazolone을 螢光漂白剤로 使用키 為하여 水溶性으로 하는데 있어 濃硫酸 또는 發煙硫酸으로 約60°C로 30分間 加溫해서 完全히 Sulfonation 시킨다.

#### f) 本漂白剤의 使用量 및 螢光効果

本物質의 使用量을 變化시켜 被染着物에 對한 螢光効果를 實驗한다.

## III. 實驗結果及考察

### A. 総合劑로 水醋酸 使用時

#### i) 混合比와 生成量과의 關係

Benzoin, 尿素, 水醋酸의 混合 mol 比에 있어서 Benzoin을 1로 하여 尿素及 水醋酸의 量을 각각 變化시켜 다음 第1表, 第1-1圖, 第1-2圖와 같은 結果를 얻었다.

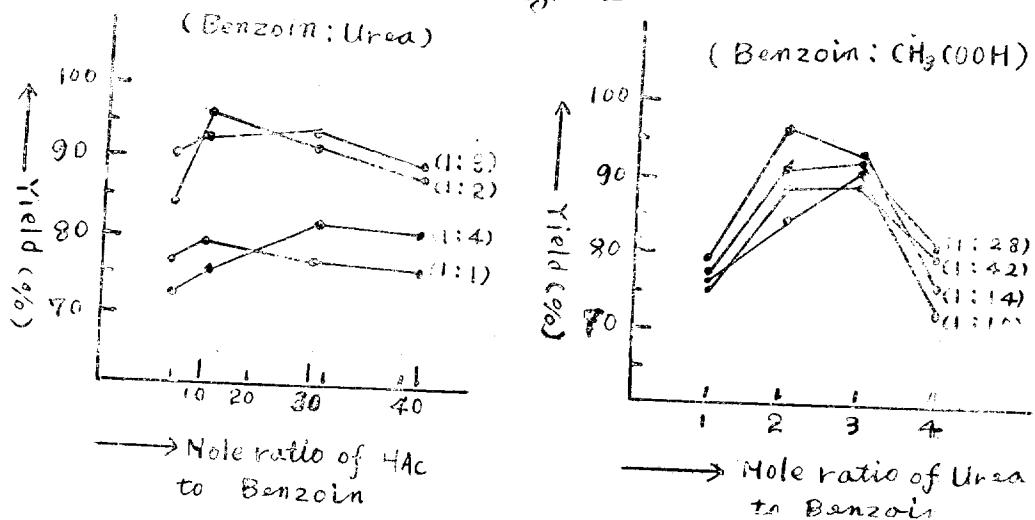
99.9% 水醋酸 使用時 Benzoin: 尿素: 水醋酸의 混合比는 1:2:14 일 때 96.4%의 收率로 最高를 보여주고 있다. Benzoin 一定量에 對하여 他物質의 多寡는 生成率를 低下시킨다.

Table 1.

Exp. No.	Benzoin (g)	Urea (g)	CH <sub>3</sub> COOH 99.9% (g)	Mol Ratio	Temp. (°C)	Time (min.)	Yield (g)	Yield (%)
A 1	5.3	1.4	14	1: 1: 10	115	120	4.50	76.3
A 2	5.3	1.4	21	1: 1: 14	115	120	4.67	79.2
A 3	5.3	1.4	42	1: 1: 28	115	120	4.54	77.0
A 4	5.3	1.4	63	1: 1: 42	115	120	4.45	75.5
A 5	5.3	2.8	14	1: 2: 10	115	120	4.98	84.5
A 6	5.3	2.8	21	1: 2: 14	115	120	5.69	96.4
A 7	5.3	2.8	42	1: 2: 28	115	120	5.42	91.8
A 8	5.3	2.8	63	1: 2: 42	115	120	5.20	88.1
A 9	5.3	4.2	14	1: 3: 10	115	120	5.34	90.5
A 10	5.3	4.2	21	1: 3: 14	115	120	5.51	93.4
A 11	5.3	4.2	42	1: 3: 28	115	120	5.49	93.0
A 12	5.3	4.2	63	1: 3: 42	115	120	5.26	89.2
A 13	5.3	5.6	14	1: 4: 10	115	120	4.27	72.4
A 14	5.3	5.6	21	1: 4: 14	115	120	4.46	75.6
A 15	5.3	5.6	42	1: 4: 28	115	120	4.82	81.8
A 16	5.3	5.6	63	1: 4: 42	115	120	4.74	80.3

Fig. 1-1

Fig. 1-2



上記實驗한 混合比以外로 縮合劑 없이 本反應을 進行시켜 보았으나 溫度 100°C 程度上昇하면 完全히 溶解되나 同時に 白煙이 후라스크內에 充満하고 直時溶液은 固化되어 反應은 全然進行되지 않음을 알았다.

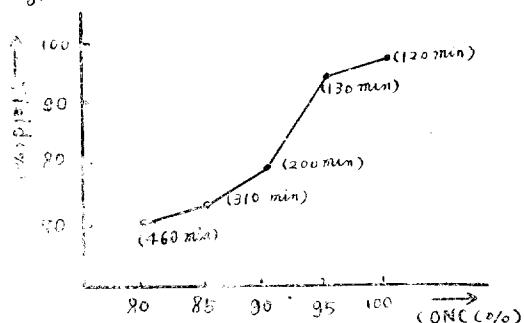
ii) 縮合劑의 濃度와 生成量과의 關係

反應物의 混合比를 1:2:14 (Benzoin, 尿素, 水醋酸)로 하고 水醋酸의 濃度를 99.9%~80%로 變化시켜 反應시킨 結果 第2表 第2圖와 같다. 但 反應時間은 溶液의 反應速度의 遅速에 따라 一定하게 하지 못한다.

Table 2.

Exp. No.	Benzoin (g)	Urea (g)	CH <sub>3</sub> COOH (%)	(g)	Ratio	Temp. (°C)	Time (min)	Yield (g)	Yield (%)
A 17	5.3	2.8	99.9	21.0	1:2:14	115	120	5.69	96.4
A 18	5.3	2.8	95	22.1	1:2:14	120	130	5.58	94.7
A 19	5.3	2.8	90	23.3	1:2:14	115	200	4.67	79.2
A 20	5.3	2.8	85	24.7	1:2:14	110	310	4.31	73.4
A 21	5.3	2.8	80	26.3	1:2:14	110	460	4.14	70.1

Fig. 2



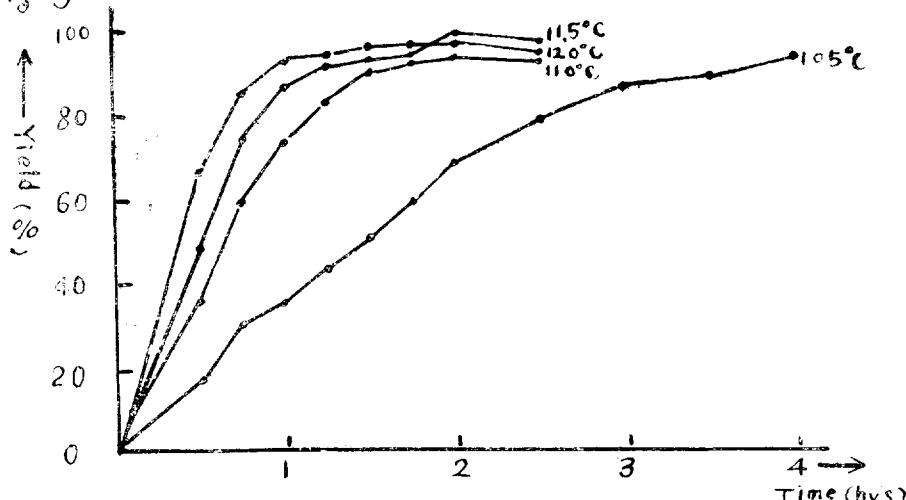
105°C~120°C 内에서 反應時間 0.5~4 時間으로  
變化시킨 結果는 第3表 第3圖와 같다.

Table 3.

Temp. 120°C		Temp. 115°C	
Time (hr)	Yield (%)	Time (hr)	Yield (%)
0.5	65.8	0.5	49.8
0.75	83.3	0.75	73.3
1.0	91.1	1.0	86.0
1.25	93.2	1.25	90.4
1.5	94.6	1.5	92.6
1.75	95.1	1.75	93.5
2.0	95.8	2.0	95.4
2.5	94.4	2.5	95.1

temp. 110°C		temp. 105°C	
Time (hrs)	Yield(%)	Time (hrs)	Yield (%)
0.5	35.1	0.5	18.2
0.75	58.9	0.75	30.0
1.0	71.8	1.0	36.2
1.25	82.4	1.25	43.3
1.5	89.4	1.5	50.7
1.75	91.3	1.75	58.9
2.0	92.5	2.0	57.7
2.5	91.8	2.5	78.4
3.0	91.8	3.0	85.1
3.5	91.8	3.5	88.2
4.0	91.8	4.0	90.1

Fig. 3



本圖表에 나타난바와 같이 溫度가 120°C에서 110°C와 같이 10°C 低下에 따라 生成率도 顯著히 低下되는 한편 高溫 때 보다 同等收率을 生成할려면 長時間 을 要하게 됨을 알수있고 反應最適溫度는 115°C~120°C임을 알수있다.

#### B. 縮合劑로 硫酸, 使用時

硫酸縮合劑의 使用適否를 아래와 같은 混合比에서 硫酸濃度를 擇한結果는 다음과 같다.

Benzoin	尿素	硫酸
1	2	5
1	2	10
1	2	15

- i) 95% 硫酸……Benzoin 及 尿素의 混合物에 濃硫酸을 注入하면 即時로 激甚한 脱水作用으로 黑紫色으로 變質되어버린다.
- ii) 90% 硫酸……95% 硫酸使用時와 恰似
- iii) 85% 硫酸……90% 때보다 淡黑色을 나타냄
- iv) 80% 硫酸……最初溶液의 色은 淡黃色이나 加熱치 않아도 漸次黑紫色으로 變色함
- v) 75% 硫酸……溶液의 色調는 始初 淡黃色이 卜 加熱함에 따라 黑色固形物을 生成한다.
- vi) 70% 硫酸……無色의 溶液이나 加熱함에 따라 尿素가 反應器壁에 附着하고 Benzoin은 溶液上部에 浮上하여 反應이 進行치 않는다.  
以上實驗으로 硫酸使用時는 反應이 進行되지 않음을 알았다.

#### C. 縮合劑로 鹽酸使用時

鹽酸의 縮合劑 使用可否를 硫酸時와 같이 하여 實驗한結果는 다음과 같다.

混合比		
Benzoin	尿素	鹽酸
1	2	20
1	2	30

- i) 12N-鹽酸……Benzoin 이 溶液의 表面에 浮遊하여 加熱하여도 完全溶解되지 않음 反應時間 3時間 을 經過하여도 反應치 않는다.
- ii) 6N-鹽酸……濃度의 稀薄에 따라 尿素가 反應器內에 析出 附着하여 反應은 進行치 않는다.
- iii) 1N-鹽酸……6N-鹽酸 使用時와 恰似  
鹽酸 亦是 反應에는 無價値한것이다.

#### D. 縮合劑로 磷酸 使用時

磷酸縮合劑의 使用適否 實驗結果는 다음과 같다

Benzoin	尿素	磷酸
1	2	10
1	2	15

- i) 85% 磷酸……mol 比에는 無關하고 Benzoin 及 尿素가 反應器壁에 附着하여 100°C 2時間 加熱하면 溶液의 色은 乳白色으로 變하고 冷却後에는 固化되어버린다.
- ii) 80% 磷酸……2時間以上 120°C로 加熱하여도 反應이 없다.
- iii) 75% 磷酸……反應開始 1時間後에도 Benzoin 及 尿素를 그대로 觀察할 수 있다.  
以上 實驗으로 本反應은 鎳酸觸媒下에서는 進行되지 않음을 알았다.

#### E. 縮合劑로 苛性소오다 使用時

알카리性에 있어서의 縮合反應을 酸性時와 같이 하여 實驗한結果는 다음과 같다.

Benzoin	尿素	苛性소오다
1	2	15
1	2	30

- i) 6N-苛性소오다……100°C附近에 이르러 多量의 氣泡가 生成하여 溫度上昇에 따라 黑黃色氣泡로 變하며 反應進行이 困難하여진다.
- ii) 1N-苛性소오다……溫度 120°C 反應時間 4時間 을 要하여도 淡黃色 氣泡生成과 反應器內에 尿素 附着하여 Benzoin을 그대로 發見할 수 있다.  
亦是 알카리性 縮合劑에서도 本反應은 進行치 않는다.

#### F. 縮合劑로 蟻酸 使用時

本反應은 以上結果로서 縮合劑 없이 또는 알카리性 縮合劑下에서는 進行되지 않음을 確認한 著者는 有機酸中 蟻酸을 使用하여 反應狀態를 觀察하여 다음과 같은 事實들이 明白히 되었다.

#### i) 混合比와 生成量과의 關係

前例에 따라 각其 다른 條件下에서 實驗을 하여 第4表와 같은 結果를 얻었다.

第4表中 橫線을 그은 部分은 72時間以上 放置하여도 沈澱이 生成치 않고 反應液은 마치 水

Table 4.

Exp. No.	Benzoin (g)	Urea (g)	HCOOH 88% (g)	Mol Ratio	Temp. (°C)	Time (min)	Yield (g)	Yield (%)
H 1	5.3	1.4	26	1:2:20	100	120	0.80	15.4
H 2	5.3	2.8	26	1:2:20	105	120	1.66	24.8
H 3	5.3	4.2	26	1:3:20	110	120	—	—
H 4	5.3	2.8	13	1:2:10	110	130	—	—
H 5	5.3	2.8	39	1:2:30	105	90	5.02	85.1

分離 油分과 같이 嚴然히 兩分되어 完全히 油狀  
物質이 形成되었다. 이는尿素가 一醯基로서 酸과  
附加化合物을 만드는 性質에 起用한 것으로 보아

本反應의 反應時間은 90 分으로 短縮하여 再次  
混合比關係의 實驗을 하여 第5表 第4圖 第5圖  
와 같은 結果를 얻었다.

Table 5.

Exp. No.	Benzoin (g)	Urea (g)	HCOOH 88%	Mol Ratio	Temp. (°C)	Time (min)	Yield (g)	Yield (%)
H 6	5.3	1.4	13	1:1:10	105	90	4.03	68.3
H 7	5.3	1.4	26	1:1:20	105	90	4.10	69.5
H 8	5.3	1.4	39	1:1:37	105	90	4.07	69.0
H 9	5.3	1.4	52	1:1:40	105	90	4.18	70.8
H 10	5.3	2.8	13	1:2:10	105	90	4.86	82.3
H 11	5.3	2.8	26	1:2:20	105	90	4.96	84.2
H 12	5.3	2.8	39	1:2:30	105	90	5.02	85.1
H 13	5.3	2.8	52	1:2:40	105	90	4.99	84.6
H 14	5.3	4.2	13	1:3:10	105	90	4.34	73.6
H 15	5.3	4.2	26	1:3:20	105	90	4.48	75.9
H 16	5.3	4.2	39	1:3:30	105	90	4.67	79.2
H 17	5.3	4.2	52	1:3:40	105	90	4.83	81.8
H 18	5.3	5.6	13	1:4:10	105	90	4.29	72.7
H 19	5.3	5.6	26	1:4:20	105	90	4.30	73.0
H 20	5.3	5.6	39	1:4:30	105	90	4.35	73.8
H 21	5.3	5.6	52	1:4:40	105	90	4.45	75.4

Fig. 4

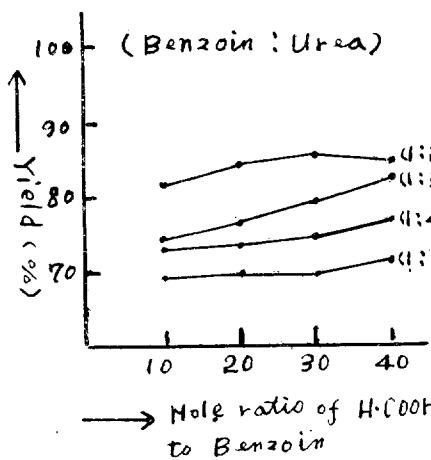
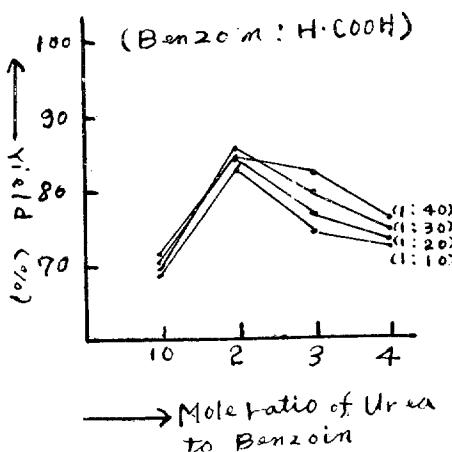


Fig. 5

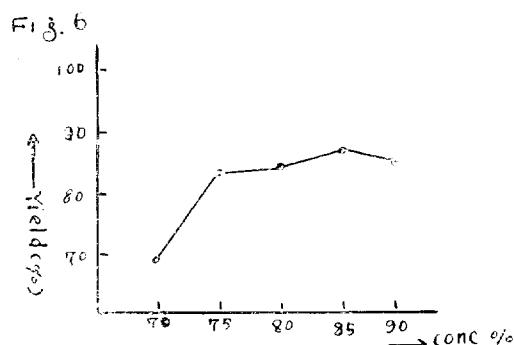


— 7 6 —

88% 蟻酸 使用時 Benzoin, 尿素, 蟻酸의 混合比는 1:2:30 일 때 85.1%의 收率로 最高를 表示하고 있다. 特히 本實驗에서는 Benzoin에 對한 尿素의 mol比가 1:2인 境遇에 全體的으로 良好한 結果를 나타내고 있는 事實이 特異하다.

Table 6.

Exp. No.	Benzoin (g)	Urea (g)	HCOOH (g)	Mol Ratio (%)	Temp. (°C)	Time (min)	Yield (g)	Yield (%)
H 22	5.3	2.8	39.0	88	1:2:30	105	90	5.02 85.1
H 23	5.3	2.8	40.4	85	1:2:30	105	90	5.11 86.6
H 24	5.3	2.8	42.9	80	1:2:30	105	90	4.97 84.2
H 25	5.3	2.8	45.8	75	1:2:30	105	90	4.87 82.5
H 26	5.3	2.8	49.0	70	1:2:30	105	90	4.03 68.8



本圖表에서 表示되어 있는 바와 같이 蟻酸 85% 때 가장 良好한 收率을 보여주고 70%에서는 反應時間이 짧은 關係로 68% 收率을 表示하고 있다.

iii) 反應時間及 溫度가 生成量에 미치는 影響

Benzoin, 尿素, 蟻酸의 混合 mol 比 1:2:30, 酸蟻의 濃度 85%로 一定케 하고 反應溫度 110~95°C

ii) 縮合劑의 濃度와 生成量과의 關係

反應物混合比를 前實驗에서 良好하다고 認定되 는 1:2:30 (Benzoin: 尿素: 蟻酸)으로 定하고 蟻酸의 濃度를 88%~70%로 變化시켜 實驗한 結果 第6表 第6圖와 같다.

內에서 反應時間 15~105分으로 變化시킨 結果는 第7表 第7圖와 같다.

Table 7.

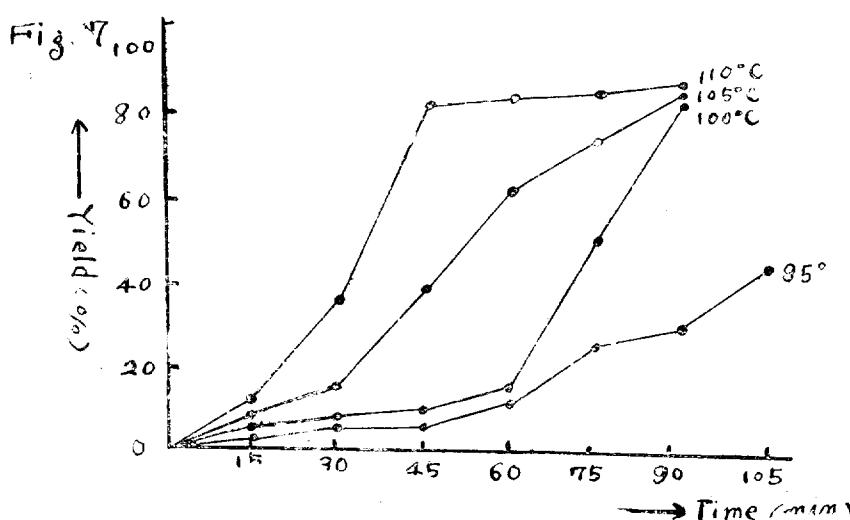
Reaction temp. 110°C		Reaction temp. 105°C	
Time (min)	Yield (%)	Time (min)	Yield (%)
15	12.4	15	8.7
30	36.2	30	15.4
45	80.5	45	39.2
60	84.1	60	61.8
75	85.3	75	74.2
90	87.1	90	86.6

Reaction temp. 100°C		Reaction temp. 95°C	
Time (min)	Yield (%)	Time (min)	Yield (%)
15	6.3	15	3.8
30	8.2	30	5.6
45	10.0	45	6.3
60	16.3	60	11.4
75	50.5	75	26.2
90	81.7	90	29.2
		105	44.3

第7圖에 表示된 바와 같이 反應溫度는 105°C~110°C가 가장 適當하고 95°C附近에 서는 極히 不良함을 알수있다. 따라서 本反應은 低溫에서 長時間을 要하게 되면 何等利點을 發見할수 없다.

G. 4, 5-Diphenyl-Imidazolone의 螢光漂白剤로서의 Sulfonylation



4.5-Diphenyl-Imidazolone은 물에 不溶으로 이를直接漂白剤로 사용할수 없으므로一般的의 Sulfonation에 依하여 Sulfon基를導入시켜水溶性의 物質로 하기為하여 다음과 같은方法을取하였다. 濃硫酸(96%) 60 c.c. 中에 4.5-Diphenyl-Imidazolone 3 g를 投入하여 完全히 溶解한 赤色透明液體를 湯浴上 60°C로 約 30分間 加溫하여 Sulfonation시킨다. 다음에 이溶液을 約 200 c.c.의

Table 8.

Exp. No.	4.5-D.P.I (g)	H <sub>2</sub> O (g)	Ratio	Dyed material	Dyeing temp. (°C)	Dyeing time (min)	Color	Remarks
D 1	1	1000	1:1000	wool nylon	70 70	15 15	○ light red ○	◎ excellent ○ good
D 2	0.33	1000	1:3000	wool nylon	70 70	15 15	○ ○	
D 3	0.2	1000	1:5000	wool nylon	70 70	15 15	○ ○	
D 4	0.1	1000	1:10000	wool nylon	70 70	15 15	○ ○	
D 5	0.06	1000	1:15000	wool nylon	70 70	15 15	○ ○	

本漂白剤는 植物性纖維에 對하여는 染着性이 없고 常溫에서는 毛織物이나 Nylon에도 染着되지 않는다. 第8表와 같은 條件下에서 溫度를 90°C以上으로 變化시킨結果 도리어 逆効果를 나타내어 染着性이 低下되었다.

本實驗에서 最良의 螢光効果를 얻기為하여는濃度  $\frac{1}{5000} \sim \frac{1}{10000}$  染着溫度 70°C 内外, 染着時間 15分程度로함이 可하다,

#### IV. 結論

螢光漂白剤 4.5-Diphenyl-Imidazolone 合成實驗에 있어 総合劑로 醋酸, 鐵酸, 磷酸, 背性소오다, 蟻酸等을 使用한結果 다음과 같은 結論을 얻었다.

##### 1) 総合剤로 醋酸 使用時

Benzoin, 尿素, 醋酸의 混合 Mol比 1:2:14, 醋酸濃度 99.9%, 反應溫度 115~120°C 反應時間 2時間 일때 最高의 生成率 96.4%를 表示함

##### 2) 総合剤로 鐵酸使用時

濃硫酸에 依하여는 變質되고 稀硫酸, 其他鹽酸等에 있어서는 Benzoin이 浮遊하여 加熱하여反應이 進行되지 않으므로 本反應에서는 総合剤로 使用할수 없다.

##### 3) 総合剤로 磷酸 使用時

飽和食鹽水中에 徐徐히 注入하여 鹽析乳白色沈澱物을 濾別하고 다시 饱和食鹽水로 洗滌하고 乾燥한後에 粉碎하여 所期의 目的物 3.8g를 얻었다.

#### H. 本漂白剤의 使用量 및 螢光効果

本物質의 螢光効果를 檢討하기 为하여 螢光漂白剤의 量과 螢光効果에 關해 定性的性質을 調査한 結果는 第8表와 같다.

長時間 加熱하여도 全然 反應이 進行치 않음. 本総合剤 亦是 使用할수 없다.

##### 4) 総合剤로 背性소오다 使用時

알카리性 総合剤 使用目的으로 背性소오다를 使用하였으나 加熱함에 따라 黑黃色氣泡가 充滿하여 反應이 進行치 않는다. 本 알카리性 総合剤도 使用할수 없다.

##### 5) 総合剤로 蟻酸使用時

Benzoin, 尿素, 蟻酸의 混合 Mol比 1:2:30 蟻酸의 濃度 85% 反應溫度 105~110°C 反應時間 90分이 境遇에 最高生成率를 表示하게 된다.

6) 螢光効果는 染着浴의 溫度는 90°C 以下漂白剤使用量은  $\frac{1}{5000}$  乃至  $\frac{1}{10000}$  染着溫度 70°C 内外 染着時間 15分으로함이 가장 適當하다.

#### Literature Cited

- 1) 小泉正夫; 化學과 工業 Vol 7 190(1954)
- 2) R.R.Hentz, M.Burton,: J. Am. Chem. Soc. 73 532 (1951)
- 3) 小田良平 新有機化學反應
- 5) 小田良平; 應用有機合成化學
- 6) Org. Synth. 合本 II 302
- 7) 紫田雄次; 分光化學
- 8) 鶴田禎二, 古川淳二; 工業化學雜誌 3018(1953) Apr.
- 9) 矢部, 林; 工業化學雜誌 3020(1953) April.
- 10) 小田, 吉田; 化學과 工業 Vol. 7 No.5 307(1954)
- 11) 上原; 化學實驗學, 物理化學 IV.