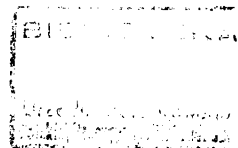


Warszawa, 7 lutego 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



6076 41/02₂



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 20864.

Kl. 12 o, 5/09.

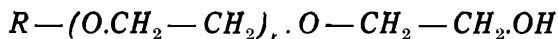
I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

**Sposób wytwarzania produktów kondensacji, nadających się jako środki
zwilżające, czyszczące i emulgujące.**

Zgłoszono 31 marca 1932 r.

Udzielono 11 grudnia 1934 r.

Stwierdzono, iż można uzyskać cenne produkty, jeśli na dowolne związki organiczne, zawierające w cząsteczce jedną lub kilka grupy, grup karboksylowych lub aminowych, podziela się takimi ilościami tlenku etylenowego lub otrzymanego z niego eteru poliglikolu, względnie związkami, wytwarzającymi wymienione związki, iż do cząsteczki produktu wyjściowego przyłączają się przynajmniej cztery grupy ($O \cdot CH_2 \cdot CH_2$), wskutek czego tworzą się związki o wzorze



W produktach kondensacji otrzymanych w ten sposób, o ile zawierają one jeszcze wolne grupy hydroksylowe, zamieniają się grupy hydroksylowe grupami zdolnymi do reakcji. Jako materiały wyjściowe wcho-

dzą w rachubę takie związki organiczne, które posiadają jedną lub większą liczbę jednakowych lub niejednakowych wymienionych grup, np. kwasy karbonowe, alkohole, gliceryna, glicerydy, fenole, oksykwasy, amidy kwasowe, aminy, oksyalkyloaminy, mocznik, tauryna, oksyalkylosulfokwasy i podobne związki.

Na wymienione materiały wyjściowe można działać tlenkiem etylenu albo wytwarzającymi go materiałami, ewentualnie przy zastosowaniu katalizatorów i ciśnienia. Reakcję prowadzić można w wyższej temperaturze z zastosowaniem środków rozpuszczających albo rozcieńczających, przy czym cząsteczki tlenku etylenu układają się szeregowo, wiążąc się ze sobą, jak w eterach. W zależności od ilości użytego tlenku można 3 lub większą liczbę grup $-C_2H_4-$ ułożyć w szeregi. Produkty, wytwarzane w

ten sposób, posiadają bardzo cenne własności. Rozpuszczają się one albo rozpraszają w wodzie i wykazują wybitne zdolności zwilżania, pienienia i czyszczenia tak, iż mogą znaleźć szerokie zastosowanie w przemyśle włókienniczym, skórzanym i papiernictwie, np. przy karbonizacji, merceryzacji, w apreturze, przy warzeniu, praniu, farbowaniu, drukowaniu i tak dalej. W ostatnich dwóch przypadkach wykazują one wybitne działanie egalizujące. Ważną zaletą tych związków jest to, że są one naogół praktycznie obojętne i nie atakują włókna. Przy użyciu mydeł i podobnych materiałów oraz jednocześnie powyższych produktów nie ma obawy tworzenia się nierozpuszczalnych związków wapniowych lub magnezowych.

Związki według wynalazku nadają się ponadto jako środki rozpraszające i rozpuszczające tłuszcze, oleje, żywice, woski, barwniki, sadzę, węglowodory i t. d.; ponadto można je stosować z korzyścią jako środki zmiękczające filmy, taśmy, laki i tak dalej. Produkty kondensacyjne wielowartościowych fenoli lub ich pochodnych, np. sulfokwasów, i tlenków alkylenowych nadają się również do użytku jako garbniki oraz w przemyśle kosmetycznym, farmaceutycznym, spożywczym albo w procesach enzymatycznych, w których niedozwolone jest stosowanie środków zwilżających, zawierających grupy sulfonowe. Materiały lepkie wymienionego rodzaju nadają się również do wytwarzania olejów przedziałniczych, smarowych i wiertniczych.

Produkty, otrzymywane według wynalazku, posiadają zwykle jedną lub większą liczbę wolnych jeszcze grup hydroksylowych, które można zamieniać na grupy zdolne do reakcji. Do tego celu nadają się przede wszystkim kwasy, które reagują z wytworzeniem estru, np. kwas siarkowy, fosforowy, ftalowy, kwasy tłuszczowe i ich pochodne, chlorowcopochodne i tak dalej. Można również po podstawieniu grupy hy-

droksylowej chlorowcem wprowadzić w drodze wymiany związki zasadowe, jak aminy, amidy kwasowe, związki, zawierające grupy hydroksylowe, i tak dalej. Wszystkie powyższe kombinacje dostarczają również cennych środków pomocniczych do użytku w przemyśle włókienniczym, skórzanym, papiernictwie i lakiernictwie. Opisane produkty kondensacyjne można stosować same lub razem z innymi środkami. Na przykład, preparaty z wymienionych produktów i mydła, oleju tureckiego, saponiny, organicznych sulfokwasów, kleju, substancyj gumowych, dekstryny lub innych koloidów, soli, np. soli kuchennej lub glauberskiej, albo organicznych rozpuszczalników, środków bielących, np. nadboranów i tak dalej, albo innych środków, posiadają bardzo cenne własności.

Przykład I. W autoklawie ogrzewa się 1,06 kg glikolu dwuetylowego z dodatkiem 15 g siarczanu niklu do 150° i dodaje małymi dawkami 8,8 kg tlenku etylenu. Ciśnienie wynosi około 10 atm. Po wprowadzeniu całej ilości tlenku etylenu ogrzewa się w dalszym ciągu tak długo, aż ciśnienie spadnie prawie całkowicie. Otrzymuje się z wydajnością ilościową bezbarwny produkt, rozpuszczalny w wodzie, który przy farbowaniu bawełny barwnikami kadziowymi działa egalizująco. Produkt ten ma również zastosowanie przy apreturowaniu bawełny.

Przykład II. W autoklawie w temperaturze około 180°C traktuje się 200 części wagowych mieszaniny wyższych alkoholi, którą uzyskuje się przez uwodornianie olejów lub tłuszczów i która zawiera przeważnie alkohole o wzorze $C_8H_{17}OH$ do $C_{18}H_{37}OH$, przyczem około 50% stanowi alkohol dodecyłowy, 400 częściami wagowymi tlenku etylenu, którego dodaje się stopniowo małymi porcjami. Produkt, wytworzony w ten sposób, posiada działanie zwilżające, piorące i emulgujące oraz własności koloidu ochronnego i nadaje się zna-

komicie do prania wełny potnej i wyrobów wełnianych. Traktując np. 10 g wełny potnej przez $\frac{1}{4}$ godziny w temperaturze 45°C w kąpieli, zawierającej na litr 3 g przytoczonego produktu kondensacyjnego, otrzymuje się po opłókaniu doskonale oczyszczoną wełnę, przyjemną w dotyku.

Produkt można również mieszać z rozpuszczalnikami, np. eterem glikolowomnokrezylowym, tetrahydronaftalenem, czterochlorkiem węgla i tak dalej. Po dodaniu wody otrzymuje się bardzo dobre emulsje wymienionych rozpuszczalników. Również udało się przez dodanie niniejszego produktu (np. w ilości 10%) do oleju maszynowego, oleju parafinowego albo innych olejów, nierozpuszczalnych w wodzie, nadać tym olejom zdolność tworzenia z wodą emulsyj.

Przez wprowadzenie grup sulfonowych można jeszcze zwiększyć działanie zwilżające produktu. Można go między innymi stosować w roztworach karbonizacyjnych.

Przykład III. Mieszaninę, składającą się z 3 części produktu kondensacyjnego, otrzymanego przez przyłączenie około 16 cząsteczek tlenku etylenu do dwuetylenoglikolu o wzorze $\text{OH} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{OH}$, oraz 1 części kwasu olejowego lub rycynowego, ogrzewa się do 130°C. Otrzymany produkt kondensacji rozpuszcza się w wodzie i jest odporny na działanie wapna i kwasu. Posiada on ponadto doskonałą zdolność pienienia, prania, zwilżania i emulgowania. Jeśli do oliwy dodać mniej niż 10% tego produktu, otrzymuje się przy rozcieńczaniu wodą doskonałe i trwałe emulsje.

Przykład IV. 3 części produktu kondensacyjnego, otrzymanego działaniem około 28 moli tlenku etylenu na każdy mol dwuetylenoglikolu w sposób, opisany w przykładzie I, ogrzewa się z 1 częścią mieszaniny, otrzymanej przez katalityczne uwodornienie oleju orzechowego i zawierającej alkohole, zwłaszcza alkohol dodecylo-

wy. Otrzymany brunatny, lepki produkt nadaje się do prania wełny i posiada doskonałą zdolność zwilżania. Produkt posiada również własność egalizowania i może być stosowany jako namiastka zaprawy mydlanej przy barwieniu jedwabiu.

Produkty, wytworzone według przykładów III i IV, nadają się do zapobiegania wytrącaniu się mydeł wapniowych, które w przemyśle włókienniczym działają szkodliwie, równocześnie rozpuszczają one mydła wapniowe tak, iż można je stosować razem z mydłem w twardej wodzie. Ponadto dzięki odporności na działanie wapna i soli gorzkiej nadają się one jako środki zmiękczające i natłuszczające wyroby tkackie; środki te mogą być używane osobno albo razem z masami do apretury.

Przykład V. 1 mol dwuetylenoglikolu ogrzewa się z 20 molami tlenku etylenu w autoklawie do 150°C i rozpuszczalny w wodzie produkt, otrzymany w ten sposób, ogrzewa się z równą ilością kwasu olejowego przez 2 godziny do 160°C. Otrzymuje się rozpuszczalny w wodzie olej, posiadający doskonałe własności piorące i nadający się specjalnie do prania wełny potnej. Można go również stosować jako dodatek do kąpieli, usuwającej szlichtę, oraz do emulgowania oleju kostnego.

Przykład VI. 1 cząsteczkę oktodecyloaminy ogrzewa się z 18 cząsteczkami tlenku etylenu w autoklawie pod ciśnieniem do temperatury około 150°C. W ten sposób otrzymuje się produkt, rozpuszczalny w wodzie i posiadający zdolność zwilżania. Ponadto jest on doskonałym środkiem egalizującym przy farbowaniu barwnikami kadowymi lub kwaśnymi. Przy farbowaniu brylantowym fioletem indantrenowym 2 R bielonej merceryzowanej satyny bawełnianej wystarczy dodatek 0,1–0,2 g na litr kąpieli w celu uzyskania równomiernego wyfarbowania. Bardzo równomierne wyfarbowanie otrzymuje się również, jeśli szewiot wełniany barwi się w kąpieli, zawierającej

0,25% błękitu antrachinonowego SR extra, 0,08% żółcieni prawdziwej do wełny 3G, 0,05% czerwonego barwnika, otrzymanego według niemieckiego patentu Nr 288838, oraz 10% kwaśnego siarczanu sodowego, przez 1 godzinę w temperaturze wrzenia z dodatkiem 0,25 g wyżej wymienionego produktu kondensacji oktodecyloaminy i tlenu etylenu. Przy barwieniu albo emulgowaniu można również stosować zasadowo reagujące produkty w postaci ich soli, np. z organicznymi sulfokwasami, jak estrów kwasu siarkowego wyżej cząsteczkowych alkoholi alifatycznych lub kwasów alkylo-sulfonowych.

W podobny sposób zachowują się również produkty, otrzymane działaniem tlenu etylenu na tłuszcz z wełny według przykładu XIII. Zwłaszcza nadają się one jako dodatek do alkalicznych, obojętnych i kwaśnych kąpieli barwiących.

Produkt o podobnych własnościach można otrzymać, stosując zamiast oktodecyloaminy oksyetylooktodecyloaminę, wytworzoną np. przez działanie oksyetyloaminą na ester oktodecyłowy kwasu siarkowego. Przyłączając 4 ÷ 10 cząsteczek tlenu etylenu do 1 cząsteczki estru trójetanoloaminy i kwasu olejowego lub stearynowego albo do 1 cząsteczki amidu kwasu olejowego lub naftenowego, otrzymuje się również rozpuszczalne w wodzie produkty, nadające się do apretury lub warzenia.

Przykład VII. Do 270 części (= 1 mol) alkoholu oktodecyłowego, w którym zawieszono 3 części tonsilu, wprowadza się, mieszając, w temperaturze 80°C 660 części (= 15 moli) tlenu etylenu. Po odsączeniu tonsiku otrzymuje się po ochłodzeniu masę, rozpuszczalną w wodzie, krzepnącą jak воск. Produkt posiada wybitne działanie egalizujące przy barwieniu barwnikami kadziowymi i ułatwia w dużej mierze nasiąkanie barwnikiem merceryzowanych nici bawełnianych albo jedwabiu do haftowania przy barwieniu barwnikami kadziowymi.

Jeśli np. barwić merceryzowane nici bawełniane albo silnie skrócone nici z jedwabiu sztucznego przy pomocy 5,5% błękitu indantrenowego RS znanym sposobem z dodatkiem 5 g otrzymanego produktu reakcji na 1 litr kąpieli farbiarskiej, uzyskuje się doskonale wybarwione nici.

Jeśli w ten sam sposób przyłączy się do dekanolu albo dodekanolu 8 ÷ 12 cząsteczek tlenu etylenu, otrzymuje się bezbarwne albo lekko na żółto zabarwione oleje klarowne, rozpuszczalne w wodzie, które w alkalicznej, obojętnej i kwaśnej kąpieli stanowią doskonałe środki zwilżające, bardzo odporne na działanie substancji, nadających twardość wodzie, albo na działanie soli metali.

Przez przyłączenie 5 ÷ 6 cząsteczek tlenu etylenu do alkoholu cetyłowego uzyskuje się produkt, który nadaje chrząst jedwabiu sztucznemu, np. wiskoze.

Przykład VIII. 1 część kwasu olejowego ogrzewa się w autoklawie do 160°C i przy ciśnieniu do 10 atm dodaje następnie stopniowo 4 ÷ 10 części tlenu etylenu. Po dodaniu całkowitej ilości tlenu etylenu ogrzewa się tak długo, aż ciśnienie spadnie zupełnie. Lepki, łatwo rozpuszczalny w wodzie obojętny olej, otrzymany w ten sposób, posiada zdolność prania, emulgowania oraz zwilżania. Wskutek charakteru tłuszczowego i trwałości wobec czynników, nadających twardość wodzie, nadaje się on świetnie do apretury oraz jako smar w przemyśle włókienniczym. Zamiast kwasu olejowego można również użyć oleju rycynowego.

Przykład IX. 1 mol alkoholu oktodecyłowego ogrzewa się z 6 molami tlenu etylenu w autoklawie, aż przestanie spadać ciśnienie. W ten sposób uzyskuje się lepki olej, który stanowi produkt przyłączenia tlenu etylenu do alkoholu oktodecyłowego. Jeśli powyższy produkt traktować, ewentualnie przy zastosowaniu środka rozpuszczającego lub rozcieńczającego,

kwadem chlorosulfonowym w stosunku molarowym, otrzymuje się produkt, rozpuszczalny w wodzie, który można stosować bezpośrednio albo po zobojętnieniu alkalicznie, amoniakiem lub aminami jako środek do prania.

Jeśli np. stosować roztwór, zawierający w 1000 częściach wody 3 części soli sodowej estru kwasu siarkowego, wytworzonego przytoczonym sposobem, do mycia wełny potnej, otrzymuje się już po 15 minutowym traktowaniu w temperaturze $45^{\circ} - 50^{\circ}\text{C}$, przy stosunku kąpieli 1 : 50, doskonale wymyty towar.

Przykład X. Do 268 części oktodekandiolu, otrzymanego przez katalityczną redukcję oleju rzepakowego, dodaje się 2 części ługu sodowego i w temperaturze $70^{\circ} - 80^{\circ}\text{C}$ wprowadza 660 części tlenu etylenu. Masa, krzepnąca przy ochłodzeniu, rozpuszcza się w wodzie i posiada własność zwilżania oraz doskonałe własności jako koloid ochronny. Produkt tworzy łatwo rozpuszczalne sole metali tak, iż można go stosować w farbiarstwie, drukarstwie lub przy bieleniu, ponieważ nie zostaje on wytrącany solami metali.

Przykład XI. Produkt, otrzymany według przykładu VII z 15 moli tlenu etylenu i 1 mola oktodekandiolu, można jeszcze zestryfikować w grupie OH. Na przykład przez 8 godzinne ogrzewanie 5 części tego produktu z 1 częścią kwasu olejowego w temperaturze 180°C otrzymuje się produkt, rozpuszczalny w wodzie, nadający się do emulgowania lub jako koloid ochronny.

Jeśli np. rozpuścić 5% powyższego produktu reakcji w oleinie i wlewać mieszaninę, mieszając, powoli do wody, otrzymuje się doskonałą emulsję.

Przykład XII. 1 część wagową mieszaniny alkoholów, otrzymanych przez utlenienie parafiny, ogrzewa się z 2 częściami wagowymi tlenu etylenu w obecności np. tonsilu do temperatury $80^{\circ} -$

90°C , dopóki produkt nie stanie się rozpuszczalnym w wodzie. W ten sposób otrzymuje się olej lepki o świetnej zdolności zwilżania.

Przykład XIII. 1 część wagową tłuszczu z wełny ogrzewa się w autoklawie z 2 częściami tlenu etylenu do około 100°C w obecności tonsilu. Otrzymuje się produkt o konsystencji maści, rozpuszczalny w wodzie i nadający się doskonale do apretury.

Przykład XIV. Na 1 część wagową glicerydu monoolejowego działa się w temperaturze $100^{\circ} - 150^{\circ}\text{C}$ 2 częściami wagowymi tlenu etylenu. Otrzymany produkt rozpuszcza się w wodzie i nadaje się do przedzenia i smarowania oraz jako olej wrzecionowy lub olej smarowy.

Przykład XV. Do 270 części (= 1 mol) oktodekandiolu dodaje się 2,7 części ługu sodowego 40°Bé , następnie wprowadza się, mieszając, w temperaturze $130^{\circ} - 140^{\circ}\text{C}$ 660 - 880 części (około 15 do 20 moli) tlenu etylenu.

Produkt reakcji, krzepnący przy oziębianiu jak воск, rozpuszcza się bardzo dobrze w wodzie i w większości organicznych rozpuszczalników. Ponadto działa on egalizująco przy farbowaniu barwnikami kaziowymi i ułatwia przenikanie barwnika w merceryzowanych niciach bawełnianych lub jedwabiu do haftowania.

Barwiąc np. merceryzowane nici bawełniane albo silnie skręcone nici sztucznego jedwabiu przy pomocy 5,5% błękitu indantrenowego RS znanym sposobem z dodatkiem 5 g produktu, otrzymanego według niniejszego sposobu, na 1 litr kąpieli farbiarskiej, uzyskuje się nici dobrze przebarwione. Barwiąc jedwab sztuczny, np. jedwab miedziowy, przy pomocy 0,5% brylantowego fioletu indantrenowego RR albo mieszaninę, składającą się z 0,5% błękitu indantrenowego RS oraz 0,5% żółci indantrenowej 3RT, z dodatkiem 0,1 - 0,5 g wyżej przytoczonego produktu kondensacji na 1 litr kąpieli barwiącej,

uzyskuje się równomierne wyfarbowania bez zarzutu. Prócz tego zwiększa się trwałość kadzi. Przy wytwarzaniu barwników azowych na włóknie dodatek powyższego produktu do roztworu dwuazonowego zwiększa znacznie trwałość na tarcie.

Produkt, otrzymany wyżej opisanym sposobem, rozpuszcza się przy ogrzewaniu klarownie w oleinie. Jeśli np. rozpuścić 2 — 5 części produktu w 100 częściach oleiny i wlewać, mieszając, powoli do wody, otrzymuje się trwałe i skuteczne emulsje. Przez przyłączanie tlenku etylenu do kwasu montanowego w sposób opisany otrzymuje się masy o konsystencji podobnej do wosku pszczelego, łatwo emulgującego się, a nawet rozpuszczające w wodzie.

Jeśli według wyżej opisanego sposobu przyłączy się do 1 mola dekanolu albo 1 mola dodekanolu, względnie mieszaniny alkoholów, otrzymanej przez katalityczną redukcję tłuszczu kokosowego lub oleju z pestek palmowych, 8 — 12 moli tlenku etylenu, to uzyskuje się bezbarwne, rozpuszczalne w wodzie oleje lub półstałe masy, które są doskonałymi środkami zwilżającymi w kąpeli alkalicznej, obojętnej lub kwaśnej, nadzwyczaj odpornymi na działanie czynników, nadających twardość wodzie, lub na działanie soli metali. Można je stosować do wszelkich celów, gdy chodzi o zwilżanie, również jako dodatek do środków zraszających lub do zwalczania szkodników. Prócz świetnego działania jako koloidy ochronne produkty te posiadają również znaczną zdolność rozpraszającą; osady mydeł wapniowych, które powstają przy użyciu mydła w twardej wodzie, można przy pomocy opisanych produktów kondensacyjnych ponownie przeprowadzić całkowicie do roztworu.

Przez odpowiednie przyłączenie 5 — 6 moli tlenku etylenu do alkoholu cetylowego otrzymuje się produkt, który nadaje sztucznemu jedwabowi, np. wiskozie, chrząst w dotyku. Jeśli powyższy produkt

reakcji ogrzać z równą ilością produktu polimeryzacji tlenku etylenu przy zachowaniu temperatury 120°C przez 2 — 3 godziny w próżni, otrzymuje się produkt o własnościach egalizujących.

Przykład XVI. Do 51 części mieszaniny alkoholów, uzyskanych przez katalityczną redukcję oleju olbrotowego, wprowadza się 88 części tlenku etylenu w obecności alkaliów w temperaturze 120°C. Otrzymuje się produkt o wybitnej zdolności zwilżania i egalizowania, emulgowania wosku japońskiego albo estrów glikolowych kwasów montanowych.

Jeśli zamiast 51 części mieszaniny alkoholów użyje się tylko 24 lub 12 części, otrzymuje się również cenne produkty, które nawet lepiej rozpuszczają się w wodzie.

Mieszaniny otrzymanych produktów z woskami naturalnymi, parafiną i tak dalej można z łatwością emulgować z organicznymi rozpuszczalnikami, np. terpentyną. Emulsje takie można przerabiać w celu wytwarzania past do obuwia, zapraw do podłóg lub innych środków do wytwarzania połysku.

Przykład XVII. Na 2 mole produktu kondensacyjnego, otrzymanego przez przyłączenie 20 moli tlenku etylenu do 1 mola alkoholu oktodecyłowego w obecności alkaliów, działa się po zakwaszeniu przez wprowadzenie chlorowodoru w ciągu 4 — 6 godzin 1 molem acetaldehydu, mieszając i stosując chłodnicę zwrotną. Wodę, wytworzoną podczas reakcji, oraz ewentualnie obecny jeszcze chlorowódor usuwa się z produktu reakcyjnego przez traktowanie pod zmniejszonym ciśnieniem i produkt reakcji ewentualnie zubożętnia się. Otrzymuje się olej, który z korzyścią można stosować jako środek zmiękczający w przemyśle włókienniczym.

Przykład XVIII. Na 1 mol alkoholu oktodecyłowego działa się w autoklawie 6 molami tlenku etylenu w obecności 1% ługu sodowego. Otrzymuje się produkt, na-

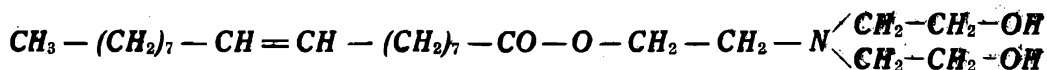
dający się świetnie do wyrobu past, kremów i t. d. Jeśli mieszać, ogrzewając, 12 części wymienionego produktu kondensacji z 18 częściami wazeliny i 10 częściami oleju parafinowego i następnie zadać otrzymany produkt, mieszając ostrożnie, 60 częściami wody, otrzymuje się pastę, nadającą się jako krem do skóry. Podobną mieszaninę otrzymuje się z 10 części wyżej wymienionego produktu kondensacji, 20 części oleju parafinowego, 3 części oleju arachisowego oraz 67 części wody.

Przykład XIX. Na 1 mol produktu, otrzymanego przez kondensację 1 mola alkoholu cetylowego z 4 molami tlenu propylenu, działa się w eterowym roztworze w temperaturze poniżej 10°C 1 molem kwasu chlorosulfonowego. Skoro próbka mieszaniny reakcyjnej rozpuści się całkowicie w wodzie, przenosi się masę na lód, odparowuje eter i zobojętnia wodny roz-

twór alkalkajami albo organicznymi aminami. Roztwór można zastosować bezpośrednio do prania luźnej wełny. Można również obojętny roztwór odparować i uzyskać środek do prania, posiadający postać stałą.

Przykład XX. Na 1 mol trójetanoloaminy działa się w autoklawie z dodatkiem drobnych ilości alkalkajów żrących 6 + 8 molami tlenu etylenu, następnie ogrzewa 1 część otrzymanego produktu kondensacji z 1 częścią kwasu olejowego pod zmniejszonym ciśnieniem przez 3 godziny do 140°C. Otrzymuje się produkt, nadający się do emulgowania nierozpuszczalnych w wodzie substancji, np. olejów mineralnych lub parafinowych.

Przykład XXI. Do wytwarzania emulsji z oleju maszynowego można z korzyścią użyć mieszaniny 7 części estru trójetanoloaminowego kwasu olejowego o wzorze



i około 3 części produktu kondensacji 1 mola alkoholu dodecylowego i około 9 moli tlenu etylenu. Wymieniona mieszanina rozpuszcza się dobrze w oleju maszynowym i tworzy w wodzie bardzo trwałe emulsje, trwałe nawet w twardej wodzie.

W podobny sposób można wytwarzać emulsje z oliwy, jeśli przytem stosuje się zamiast obu wyżej wymienionych produktów, produkt działania 2 do 3 części tlenu etylenu na 1 część mieszaniny, składającej się z alkoholu oleinowego i kwasu z oleju kokosowego pod ciśnieniem.

Przykład XXII. 4 + 5 części produktu, otrzymanego działaniem około 9 moli tlenu etylenu na 1 mol mieszaniny alkoholowej, składającej się głównie z alkoholu dodecylowego, stapia się z 1 częścią krezolu jednochlorowego, unikając zbyt silnego ogrzania. Wprowadzając powyższą mieszaninę do wody i mieszając, otrzymuje się

trwałą emulsję lub roztwór, nadający się do użytku jako środek dezynfekcyjny.

Przykład XXIII. Jeśli 3 części amidu kwasu z oleju kokosowego albo odpowiedniego oksyetyloamidu kwasu z oleju kokosowego lub 3 części alkoholu oktydodecylowego albo alkoholu oksyetylooktydodecylowego albo stearynianu stearylowego stapia się z 1 częścią produktu kondensacji, otrzymanego działaniem 10 moli tlenu etylenu na 1 mol alkoholu olejowego, otrzymuje się przy rozcieńczaniu wodą pasty lub emulsje, które można stosować jako takie lub w połączeniu z innymi znanymi środkami do apretury i impregnacji. W podobny sposób można stosować produkty działania tlenu etylenu na kwasy tłuszczowe lub wyższe aminy.

Przykład XXIV. Na 1 mol oliwy działa się około 30 molami tlenu etylenu pod ciśnieniem w temperaturze 140° + 160°C

z dodatkiem około 1% ługu sodowego. Otrzymuje się gęste oleje aż do półstałych mas, które doskonale emulgują oleje masyne lub oliwę. Podobne produkty otrzymuje się działaniem tlenu etylenu na łój wołowy, olej olbrotowy, olej soja, stearynian stearylowy i t. d.. Działanie tlenu etylenu na glicerydy może odbywać się również w obecności gliceryny lub innych związków, służących do estryfikacji. Można również stosować środki, przyspieszające estryfikację, np. glicerynian wapnia.

Przykład XXV. Nieobciążoną lub obciążoną tkaninę jedwabną barwi się 2% zieleni diamentowej GX albo czystego błękitu Viktoria BO, stężonego w 3% kwasie octowym, z dodatkiem 0,5 g na litr kąpieli produktu, otrzymanego przez kondensację 1 mola oktodecyloaminy z 9 moli tlenu etylenu, przez 1 godzinę w temperaturze wrzenia. Następnie tkaninę płóczy się i znanym sposobem ożywia w kąpieli, zawierającej rozcieńczony kwas octowy lub mrówkowy. Trwałość na tarcie otrzymanych wyfarbowań jest doskonała. Zamiast wyżej wymienionego produktu kondensacji oktodecyloaminy i tlenu etylenu można użyć w podobny sposób produktu kondensacji alkoholu oktodecyłowego i tlenu etylenu według przykładu XII. Wymienione produkty doskonale zapobiegają wytrącaniu się osadów przy wspólnym stosowaniu zasadowych i kwaśnych lub substancyjnych barwników, które szkodliwie wpływają na trwałość na tarcie otrzymanych wyfarbowań tak, iż można równocześnie barwić barwnikami tych dwóch grup.

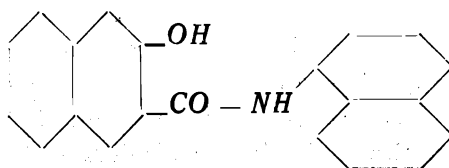
W pewnych przypadkach dobrze jest dodać wymienionych produktów kondensacyjnych odrazu do barwnika, otrzymując przytem takie same wyniki. Odpowiednią

mieszaninę otrzymuje się np., mieszając ze sobą 13,5% zieleni diamentowej GX, 13,5% produktu kondensacji alkoholu oktodecyłowego i tlenu etylenu (porównaj przykład XII) i 73% dekstryny. Również przy farbowaniu wełny barwnikami kwaśnymi można zapomocą przytoczonych dodatków polepszyć równomierność wyfarbowania i trwałość na tarcie.

Przykład XXVI. Nici z wełny merynosowej barwi się 3% chromowego związku barwnika kwaśnego, 5 ÷ 10% kwasu siarkowego z dodatkiem 0,5 g na litr kąpieli produktu kondensacyjnego, otrzymanego działaniem około 20 moli tlenu etylenu na 1 mol alkoholu olejowego, przez 1 godzinę w temperaturze wrzenia.

Zamiast wymienionego produktu kondensacji można również użyć produktu działania tlenu etylenu na kwasy tłuszczowe, glicerydy kwasów tłuszczowych, amidy kwasów tłuszczowych lub estry kwasów tłuszczowych i oksyalkyloamin, opisane w przykładach VI i XVII. Doskonałe działanie egalizujące osiąga się, stosując ester monolaurynowy produktu kondensacji około 18 moli tlenu etylenu i 1 mol trójetanolaminy. Również przy barwieniu skóry uzyskuje się w ten sposób wyfarbowanie bez zarzutu.

Przykład XXVII. Przy wytwarzaniu pigmentów lub laków, np. przy zastosowaniu barwników azowych, kadziowych lub estrów kwasu siarkowego i leukozwiązków kadziowych, osiąga się przez użycie produktów, otrzymanych przez kondensację 1 mola oktodekandiolu i 16 moli tlenu etylenu, nadzwyczaj dobre rozproszenie pigmentów. Naprzykład 4 części α -naftalidu β -oksy-naftoesowego kwasu



rozpuszcza się w 6 częściach denaturowanego alkoholu, 2,4 częściach ługu sodowego o 34°Bé oraz 6 częściach wody i wprowadza powyższy roztwór do 1000 części wody, do których dodano 1,4 części ługu sodowego o 34°Bé. Równocześnie rozpuszcza się 8,75 soli czerwieni trwałej B w temperaturze 40°C w 200 częściach wody i zadaje 800 częściami wody o zwykłej temperaturze. Do powyższego roztworu dodaje się na 1 litr kąpieli 3 ÷ 5 g produktu kondensacji alkoholu oktodecyłowego z tlenkiem etylenu według przykładu XII. Następnie miesza się oba roztwory w temperaturze około 12°C. Barwnik azowy uzyskuje się w nadzwyczaj drobnym rozproszeniu.

Przykład XXVIII. Na 1 mol β -naftolu działa się w autoklawie, zaopatrzoną w mieszałkę, 10 molami tlenu etylenu w podwyższonej temperaturze. Otrzymuje się produkt kondensacji, rozpuszczalny w wodzie i o doskonałej zdolności zwilżania, który z korzyścią można stosować do kąpieli barwiących lub mas do szlichtowania.

Przykład XXIX. 1 część produktu kondensacji 1 mola alkoholu olejowego z 4 ÷ 5 molami tlenu etylenu stapia się z 1 częścią soli sodowej estru kwasu siarkowego i kwasu oksystearynowego. Otrzymuje się mieszaninę, rozpuszczalną w wodzie, wykazującą doskonałą własność zwilżania i trwałą w wodzie twardą. Można ją np. stosować z korzyścią do kąpieli bielących.

Zamiast produktu kondensacji alkoholu olejowego i tlenu etylenu można również stosować produkty, otrzymywane z innych alkoholów, np. z alkoholu dodecyłowego i tlenu etylenu.

Przykład XXX. Na 1 część aminy, otrzymanej przez działanie amonjakiem na chlorowaną parafinę, zawierającą około 8 atomów chloru, działa się około 4 częściami tlenu etylenu pod ciśnieniem. Otrzymuje się produkt, rozpuszczalny w wodzie i nadający się jako środek, emulgujący tłuste oleje mineralne. Wymieniony produkt kon-

densacji rozpuszcza się klarownie w oleju mineralnym. Taka mieszanina posiada większą lepkość, niż użyty olej maszynowy; można ją stosować jako smar.

Przykład XXXI. Do handlowego mydła mąrsyńskiego lub ziarnistego dodaje się 3 ÷ 15% produktu kondensacji pod ciśnieniem 1 mola oktodekandiolu z 15 częściami tlenu etylenu. Otrzymuje się preparat mydlany, przy którego użyciu nawet w wodzie o twardości 25 stopni niemieckich nie następuje wytrącenie mydła wapniowego. Wymieniony produkt można również stosować z korzyścią do mydeł toaletowych lub kąpielowych oraz jako dodatek do past mydlanych i innych środków kosmetycznych, np. mydeł do golenia i t. d.

Zamiast wymienionego produktu można użyć produktu działania tlenu etylenu na wysokocząsteczkowe kwasy tłuszczowe lub ich glicerydy albo amidy i t. d.. Wprowadzenie produktu kondensacji może nastąpić już przy samym procesie wyrobu mydła z kwasów tłuszczowych i glicerydów.

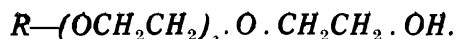
Przykład XXXII. Wełnę potną lub tkaninę wełnianą, zawierającą olej, traktuje się kąpielą farbiarską, zawierającą 3% czerwonego barwnika, otrzymanego według patentu niemieckiego Nr 288 838, 10% soli glauberskiej i 10% kwasu octowego oraz (na litr kąpieli) 2 g produktu, otrzymanego działaniem około 20 moli tlenu etylenu na 1 mol alkoholu oktodecyłowego, w obecności ługu sodowego przez 1 godzinę w temperaturze wrzenia.

W ten sposób otrzymuje się dobrze oczyszczony i równomiernie wyfarbowany towar. Jeśli zamiast wyżej przytoczonego barwnika użyje się równej ilości związku chromowego kwaśnego barwnika, dodaje się do kąpieli zamiast soli glauberskiej i kwasu octowego 8% kwasu siarkowego i postępuje, jak wyżej podano.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania produktów kon-

densacji, nadających się jako środki zwilżające, czyszczące i emulgujące, znamienny tem, że na organiczne związki, zawierające w cząsteczce jedną lub większą liczbę grup hydroksylowych, karboksylowych lub aminowych, działa się takimi ilościami tlenku etylenu lub otrzymanego z niego eteru poliglikolu, względnie związkami, wytwarzającymi wymienione związki, że do cząsteczki materiału wyjściowego przyłączają się przynajmniej cztery grupy (OCH_2CH_2) , tworząc związek o budowie



2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że w uzyskanych produktach, o ile zawierają wolne jeszcze grupy hydroksylowe, zamienia się te grupy grupami, zdolnymi do reakcji, np. estrowemi.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.

