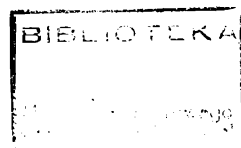


Warszawa, 8 lutego 1934 r.

Cofc 125/06

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 19281.

Kl. 12 o, 17/01.

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

Sposób wytwarzania środków zwilżających, czyszczących i rozpuszczających.

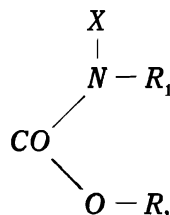
Zgłoszono 23 grudnia 1931 r.

Udzielono 28 października 1933 r.

Pierwszeństwo: 27 grudnia 1930 r. (Niemcy).

Stwierdzono, że można wytwarzać cenne środki zwilżające, czyszczące i rozpuszczające i tak dalej, jeśli uretany, zawierające przy atomie azotu jedną lub dwie reszty alkylowe albo cykloalkylowe z oksygrupami, albo uretany, których grupa alkolowa zawiera jedną lub więcej grup wodorotlenowych, traktuje się środkami sulfonującymi. Te same związki można otrzymać również, sulfonując aminy, zawierające oksygrupy, które posiadają wolny atom wodoru przy azocie, i zapomocą estrów kwasu chloromrówkowego przekształcając otrzymane związki na sulfonowe uretany.

Uretany, wchodzące w rachubę jako podstawowe związki, mają następujący wzór ogólny



w którym R oznacza dowolną resztę organiczną, która może zawierać również oksy-

grupy, na przykład reszta heksylowa, laurylowa, oktydecylowa, cetylowa, benzylowa, cykloheksylowa, furfurylowa, oktanolowa, dekanolowa, R_1 jest dowolną inną resztą alifatyczną, która może zawierać jedną lub więcej oksygrup, na przykład reszta oksyetylowa, oksypropylowa; X może być dalszą resztą oksyalkylową, albo dowolną inną resztą organiczną lub atom wodoru. W każdym razie warunkiem jest, aby przynajmniej R lub R_1 zawierały jedną oksygrupę.

Wspomniane uretany można otrzymać, na przykład, przez przemianę amonjaku, dowolnej pierwszorzędnej lub drugorzędnej aminy, oksyalkylaminy, zawierającej jeden lub kilka atomów azotu, przy pomocy estrów kwasu chloromrówkowego jedno lub wielowartościowych alkoholów lub fenoli. Zamiast zwykłych oksyalkylouretanów można stosować oksyeter, otrzymywane przez przyłączenie jednej lub więcej cząsteczek tlenu alkylowego.

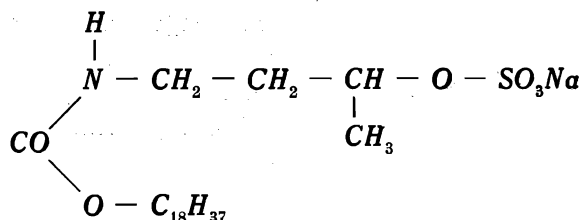
Sulfonowanie uskutecznia się znanym sposobem przez traktowanie uretanów środkami działającymi sulfonująco, na przykład stężonym kwasem siarkowym, oleum, kwasem chlorosulfonowym lub bezwodnikiem kwasu siarkowego, przyczem postępowanie powyższe można przeprowadzić ewentualnie z zastosowaniem obojętnych rozpuszczalników lub środków rozcieńczających, jak eter, czterochlorometan, czterochloroetan, nitrobenzol i tym podobne. W pewnych przypadkach korzystnie jest stosować środki wiążące wodę, jak pięciotlenek fosforu, lub katalizatory, na przykład węgiel aktywny. Często wpływa dodatnio na proces sulfonowania dodatek bezwodnych kwasów organicznych, bezwodników i chlorobezwodników kwasowych. Otrzymywane produkty są, zależnie od zastosowanych warunków pracy oraz środków sulfonujących, estrami kwasu siarkowego, jeśli grupą hydroksylową reszty oksyalkylowej przereagowała z kwasem

siarkowym, albo prawdziwymi sulfokwasami, o ile grupa sulfonowa połączona jest bezpośrednio z węglem.

Produkty sulfonowania wolne lub w postaci soli są cennymi środkami pomocniczymi w przemyśle włókienniczym, w papiernictwie, w przemyśle skórniczym, lakierniczym i tak dalej. Nadają się, na przykład, jako środki pomocnicze do kadzi karbonizacyjnej, merceryzacyjnej, do prania, do kąpieli przedzalniczej i farbiarskiej; ponadto można je z korzyścią stosować do folowania, apreturowania wyrobów włókienniczych, do nadania giętkości sztucznemu jedwabowi i tak dalej. Można je również stosować przy wytwarzaniu past do drukowania, przy wytwarzaniu emulsyj lub roztworów z wosków, olejów, tłuszczów, rozpuszczalników, barwników i tak dalej. Można, na przykład, przy zastosowaniu opisanych produktów sulfonowania wytwarzać cenne smary, oleje stosowane przy wierceniu, środki czyszczące i tak dalej.

Produkty sulfonowania wymienionych uretanów można stosować osobno albo razem z innymi środkami, jak na przykład, mydła, środki podobne do mydła, sole, jak sól glauberska, sól gorzka, nadborany, podchloryny i tak dalej, również klej, żelatyna, guma arabska, dekstryna i tak dalej.

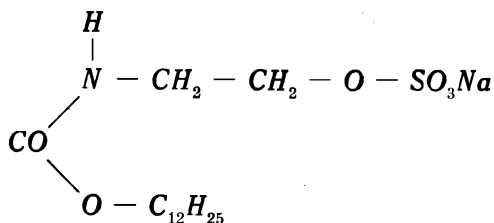
Przykład I. 100 części wagowych uretanu, otrzymanego z równoważnych ilości 1-amino-3-oksybutanu oraz estru kwasu chloromrówkowego i alkoholu oktydecylowego, rozpuszcza się w 400 częściach wagowych eteru i przy $20^\circ - 30^\circ\text{C}$ sulfonuje przy pomocy 150 części wagowych kwasu chlorosulfonowego. W ten sposób otrzymany produkt sulfonowania uwalnia się zwykłym sposobem od resztek wolnego kwasu mineralnego i przeprowadza sól sodową za pomocą ługu sodowego. Otrzymuje się z wydajnością $80 - 90\%$ produkt, który prawdopodobnie ma wzór:



Produkt wykazuje doskonałe działanie piorące.

Przy sulfonowaniu można zastosować zamiast eteru również inne środki rozpuszczające lub rozcieńczające, jak czterochlorometan i tak dalej.

Przykład II. 100 części wagowych uretanu, otrzymanego z jednoetanoloaminy oraz estru kwasu chloromrówkowego i alkoholu laurylowego, wprowadza się, chłodząc, do 300 części wagowych stężonego kwasu siarkowego i, mieszając, ogrzewa przez kilka godzin przy 40°C. Tak otrzymany ester siarkowy uretanu wprowadza się do 400 części wagowych wody z lodem i, chłodząc, zobojętnia stałym ługiem sodowym. Sól powstająca z obecnego wolnego kwasu mineralnego wypada w większej części i sący się przy użyciu próżni. Otrzymuje się roztwór produktu sulfonowania z wydajnością 85 ÷ 90%. Prawdopodobnie posiada on wzór:

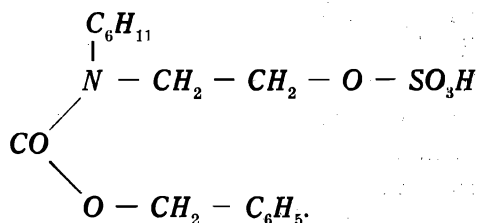


Produkt znajduje zastosowanie w kwaśnych kąpielach w przemyśle włókienniczym, na przykład do folowania lub karbonizowania. Również sole potasowców produktu sulfonowania można użyć z korzyścią jako środki zwilżające i rozpraszające.

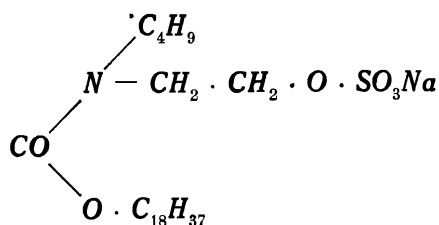
Przykład III. 100 części wagowych u-

retanu, otrzymanego działaniem cykloheksylomono-etanolaminy na ester z kwasu chloromrówkowego i alkoholu benzylowego, rozpuszcza się w 200 częściach wagowych czterochlorometanu i traktuje w 20°C 120 częściami wagowymi kwasu chlorosulfonowego tak długo, aż próbka po odparowaniu rozpuszczalnika roztwarza się zupełnie w wodzie. Otrzymany produkt reakcji wlewa się do wody z lodem i usuwa rozpuszczalnik oraz nadmiar kwasu siarkowego.

Otrzymany produkt sulfonowania nadaje się do wielu celów w przemyśle włókienniczym, jako środek zwilżający i emulgujący; wzór produktu jest prawdopodobnie następujący:



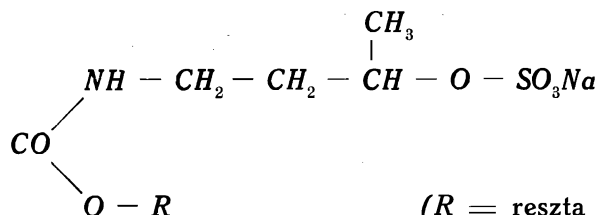
Przykład IV. Do roztworu zawierającego 56 części wagowych ługu żrącego w 550 częściach wody wprowadza się 136 części wagowych estru kwasu siarkowego butyloaminy. Przy 10° ÷ 20°C wprowadza się powoli, stale mieszając, 225 części wagowych estru kwasu chloromrówkowego alkoholu oktodecyłowego. Otrzymuje się po ukończeniu reakcji sól sodową estru kwasu siarkowego *N*-butylooksyetylooktodecyłuretanu w postaci białej, mocno lepkiej emulsji, zawierającej około 35% wspomnianego produktu. Produkt ma następujący wzór:



Nadaje się on doskonale jako środek zwilżający i rozpuszczający.

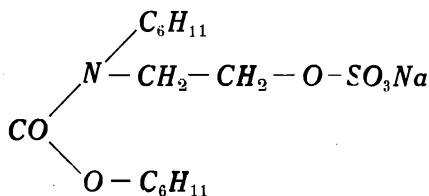
Przykład V. 50 części wagowych ługu żrącego rozpuszcza się razem z 95 częściami

mi wagowymi siarczanu estru z kwasu siarkowego i aminobutanolu w 150 częściach wody. Chłodząc do temperatury około 10°C, doprowadza się 110 części wagowych estru kwasu chloromrówkowego i mieszaniny, składającej się przeważnie z alkoholu laurylowego, następnie miesza jeszcze kilka godzin przy 15°C. Otrzymuje się klarowny roztwór, zawierający około 40% soli sodowej estru uretano-siarkowego o następującym składzie:



(R = reszta alkoholowa)

Przykład VI. 330 części kwasu chlorowęglowego i cykloheksanolu wkrapla się w temperaturze 20° ÷ 30°C do mieszaniny, składającej się z 274 części cykloheksylomonoetanoloaminy, 500 części wody i 234 części ługu sodowego 40° Bé. Produkt reakcji odparowuje się w próżni do sucha i następnie wprowadza do podwójnej ilości stężonego kwasu siarkowego przy 30°C. Mieszaninę miesza się następnie tak długo, aż próbka rozpuści się całkowicie w wodzie. Otrzymany produkt reakcji przerabia się w dalszym ciągu, jak podano w przykładzie I. Produkt posiada prawdopodobnie następujący wzór:



Sulfonowanie uretanu może odbywać się również zapomocą kwasu chlorosulfonowego przy równoczesnym użyciu obojętnego roz-

puszczalnika, np. czterochlorometanu, eteru, nitrobenzolu i t. d.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania środków zwilżających, czyszczących, rozpraszających i t. d., znamienny tem, że uretany, zawierające przy atomie azotu jedną lub dwie reszty alkiłowe albo cykloalkiłowe z oksygrupami, albo uretany, których reszta alkoholowa zawiera jedną lub kilka oksygrup, traktuje się w znany sposób środkami sulfonującymi.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że sulfonowaniu poddaje się oksyalkyloaminy, zawierające wolny atom wodoru przy azocie i grupy wodorotlenowe w rodniku alifatycznym, a dopiero otrzymane produkty sulfonowania przeprowadza w sulfonowane uretany przez działanie estrów kwasu chloromrówkowego.

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