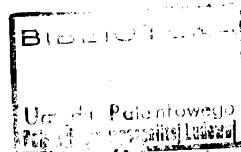


Warszawa, 14 kwietnia 1934 r.

2

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 19654.

Kl. 12 o, 23/01.

H. Th. Böhme Aktiengesellschaft
(Chemnitz, Niemcy).

Sposób wytwarzania środków zwilżających.

Zgłoszono 20 czerwca 1929 r.

Udzielono 24 stycznia 1934 r.

Pierwszeństwo: 19 lipca 1928 r. (Niemcy).

Środkami zwilżającymi według niniejszego wynalazku są estry jednowartościowych alifatycznych lub aromatycznych alkoholów i sulfonowanych wyższych kwasów tłuszczowych lub aromatycznych kwasów, zawierających w pierścieniu lub łańcuchu bocznym grupę karboksylową. Bezpośrednie wytwarzanie tych estrów, zwłaszcza o stosunkowo małej ilości atomów węgla w alkyli, nie przebiega łatwo wskutek reakcji pobocznych.

Wykryto obecnie, że estryfikowanie jednowartościowych alifatycznych i aromatycznych alkoholów zapomocą sulfonowanych wyższych kwasów tłuszczowych lub zapomocą aromatycznych kwasów sulfono-

wych, zawierających w pierścieniu lub w łańcuchu bocznym grupę karboksylową, udaje się przeprowadzić gładko, skoro wytworzyć uprzednio estry odnośnych kwasów karbonowych, poczem na estry te działać nadmiarem środka sulfonującego i po ukończeniu sulfonowaniu oddzielić produkt zapomocą przemycania od nadmiaru środka sulfonującego. Okazało się, że przytem zachodzi nie tylko sulfonowanie, lecz również, zależnie od warunków pracy, znajdująca się przy grupie karboksylowej reszta alkoholowa przechodzi częściowo do reszty kwasu siarkowego, tak iż produkt ostateczny składa się z mieszaniny sulfonowanych kwasów karbonowych, zestryfikowanych

częściowo w reszcie kwasu siarkowego, obok nieznacznej ilości zestryfikowanych przy obu tych grupach kwasów karbonowych, jak również z wolnych, sulfonowanych kwasów karbonowych. Sposób ten wykazuje ponadto w znacznej ilości przypadków i tę korzyść, iż wykonanie jego jest łatwiejsze, gdyż kwasy tłuszczowe alkoholów alifatycznych (w przybliżeniu wzwyż do alkoholu cetylowego), włączając i alkohole cykloalifatyczne, są płynniejsze od występujących w przyrodzie tłuszczów i wosków i mają znacznie niższy punkt topliwości. Udało się wskutek tego szereg estrów sulfonować bez dodawania zakłócających często reakcję środków rozcieńczających w temperaturach niższych, co umożliwiło wprowadzenie do cząsteczki znacznych ilości kwasu siarkowego. Do celów przemysłowych jest rzeczą zbyteczną rozdzielać mieszaninę produktów reakcji, gdyż mieszanina ta nadaje się wprost jako znakomity środek zwilżający, np. przy obróbce materiałów włókienniczych. Znakomite działanie produktu wyraża się w nadzwyczaj zwiększonej zdolności nawilżania. Np. produkt, otrzymany według przykładu I w wodnym roztworze, wykazuje 50 razy krótszy czas nawilżania (czas pogrążenia się włókien sztabardtowych (wzorcowych) według Kraisa), niż dobrze sulfonowany olej rycynowy.

Przykład I. 360 kg estru butylowego kwasu rycynowego sulfonuje się w temperaturze poniżej 15° 500 kg stężonego kwasu siarkowego, mieszaninę reakcyjną zadaje lodem i przemywa w celu usunięcia nadmiaru kwasu siarkowego roztworem soli glauberskiej.

Przykład II. 325 kg estru etylowego kwasu rycynowego sulfonuje się w temperaturze poniżej 15° 500 kg stężonego kwasu siarkowego. Przeróbkę dalszą uskutecznia się, jak podano w przykładzie I.

Przykład III. 340 kg estru butylowego kwasu olejowego sulfonuje się w tempera-

turze poniżej 15° 500 kg stężonego kwasu siarkowego. Przeróbkę uskutecznia się, jak podano w przykładzie I.

Przykład IV. 388 kg estru benzylowego kwasu rycynowego sulfonuje się w temperaturze poniżej 15° 600 kg stężonego kwasu siarkowego. Mieszaninę reakcyjną zadaje się lodem, przemywa nasyconym roztworem soli glauberskiej i zobojętnia ługiem sodowym.

Przykład V. Postępuje się, jak opisano w przykładzie IV, stosując 386 kg estru benzylowego kwasu olejowego zamiast estru benzylowego kwasu rycynowego.

Przykład VI. 350 kg estru butylowego kwasu z tranu sulfonuje się w temperaturze 0° 600 kg stężonego kwasu siarkowego. Mieszaninę reakcyjną przerabia się dalej, jak opisano w przykładzie IV.

Przykład VII. 360 kg *n*-estru butylowego kwasu 12-oksystearynowego traktuje się w temperaturze poniżej 15° 500 kg stężonego kwasu siarkowego. Mieszaninę reakcyjną rozkłada się lodem, przemywa w celu usunięcia nadmiaru kwasu siarkowego nasyconym roztworem soli glauberskiej i wreszcie zobojętnia ługiem sodowym.

Przykład VIII. 100 kg *n*-estru butylowego kwasu β -naftoesowego sulfonuje się w temperaturze 20° 300 kg 100%-ego kwasu siarkowego. Produkt reakcji zadaje się lodem i po odciągnięciu wody z kwasem przemywa nasyconym roztworem soli glauberskiej.

Przykład IX. 100 kg estru *i*-propyloвого kwasu naftylooctowego sulfonuje się w temperaturze 20° 300 kg 100%-ego kwasu siarkowego. Przeróbkę uskutecznia się, jak podano w przykładzie VIII.

Przykład X. 100 kg estru metylocykloheksanolowego kwasu rycynowego sulfonuje się w temperaturze od 0 do +5° 500 kg kwasu siarkowego o 66°Bé. Przeróbkę uskutecznia się, jak podano w przykładzie I.

W patencie polskim Nr 7449 opisano sposób wytwarzania wysokosulfonowanych

preparatów olejowych z kwasów tłuszczowych i ich występujących w przyrodzie estrów, t. j. olejów i tłuszczów. Estry alkylo- we i aryłowe sulfonowanych kwasów tłuszczowych mają w porównaniu z estrami glicerynowymi sulfonowanych kwasów tłuszczowych wielokrotnie większą zdolność zwilżania.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania środków zwilżają-

cych, znamienny tem, że na estry kwasów karbonowych i jednowartościowych alifatycznych i aromatycznych alkoholów działa się nadmiarem środka sulfonującego i po ukończeniu sulfonowaniu oddziela produkt od nadmiaru środka sulfonującego za pomocą przemywania.

H. Th. Böhme
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.