

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 18987.

Kl. 12 o, 23/01.

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

Sposób wytwarzania środków zwilżających, czyszczących, dyspergujących i rozpuszczających

Zgłoszono 2 kwietnia 1930 r.

Udzielono 21 września 1933 r.

Pierwszeństwo: 12 kwietnia 1929 r. dla zastr. 1, 2; 1 lutego 1930 r. dla zastr. 3 (Niemcy).

W patencie Nr 14886 podano sposób wytwarzania środków zwilżających, czyszczących, dyspergujących z takich amidów kwasów karbonowych szeregu alifatycznego, cykloalifatycznego, aromatyczno-alifatycznego albo aromatycznego lub ich pochodnych, które zawierają przynajmniej jedno podwójne lub potrójne wiązanie albo przynajmniej jedną grupę hydroksylową. Sposób powyższy polega na łagodnym sulfonowaniu amidów, w obecności lub w nieobecności rozpuszczalników albo środków rozcieńczających, zapomocą kwasu siarkowego, bezwodnika kwasu siarkowego, oleum albo kwasu chlorosulfonowego.

Obecnie stwierdzono, iż można otrzy-

mać również cenne środki zwilżające, czyszczące, dyspergujące i rozpuszczające, przemieniając kwasy karbonowe szeregu alifatycznego, cykloalifatycznego, aromatyczno-alifatycznego lub aromatycznego albo ich pochodne przy pomocy amoniaku, pierwszorzędnych lub drugorzędnych amin na amidy kwasów karbonowych, przy czem jedna z użytych składowych winna zawierać jedną lub więcej grup sulfonowych, związanych z tlenem lub węglem. Kondensacja następuje działaniem wymienionych kwasów karbonowych albo ich pochodnych, na przykład bezwodników, chlorobezwodników lub estrów kwasowych.

W wielu przypadkach korzystnie jest

prowadzić przemianę w roztworze wodnym, przyczem dodaje się środków alkalicznie reagujących, o ile podczas reakcji tworzą się kwasy. Produkty, otrzymane według niniejszego sposobu, odpowiadają produktom sulfonowania, które się otrzymuje według sposobu opisanego w patencie Nr 14886, i mają to samo zastosowanie w przemyśle tekstylnym i innych pokrewnych. Można je stosować osobno albo razem z używanymi dotychczas środkami, jak sole, mydła, oleje tureckie, organiczne kwasy sulfonowe lub rozpuszczalniki.

Przykład I. 31 części estru metylowego kwasu rycynowego traktuje się mieszaniną, składającą się 10 części eteru i 10 części kwasu chlorosulfonowego. Gdy próbka produktu reakcji rozpuszcza się klarownie w wodzie, zobojętnia się produkt reakcji gazowym amonjakiem, usuwa eter w próżni i po dodaniu 100 części amonjaku ogrzewa otrzymany produkt w autoklawie w ciągu 10 godzin przy 100°C. Po usunięciu amonjaku rozpuszcza się produkt w wodzie. Posiada on dużą zdolność zwilżania, czyszczenia i emulgowania.

Przykład II. 300 części chlorobezwodników kwasów oleju kokosowego dodaje się do roztworu wodnego 300 części soli sodowej tauryny ($NH_2 \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot SO_3Na$) w 0° + 10°C. Powyższą mieszaninę miesza się tak długo w temperaturze pokojowej, póki próbka nie rozpuści się w wodzie. Powstaje produkt, nadający się doskonale do prania, zawierający mieszaninę taurydów kwasów tłuszczowych zawartych w oleju kokosowym.

Przykład III. 1500 części chlorobezwodnika kwasu olejowego dodaje się w 30°C, mieszając, do alkalicznego roztworu, zawierającego *N*-metylotaurynę w ilości ponad 20% ilości teoretycznej, zachowując stale odczyn alkaliczny roztworu. Po 6 ÷ 8 godzinnem mieszaniu w temperaturze pokojowej zobojętnia się nadmiar alkaliów, zagęszcza roztwór i suszy w próżni. Otrzymu-

je się 6150 części mieszaniny soli, zawierającej około 33% soli sodowej olejlo-*N*-metylotauryny. Roztwory powyższej mieszaniny posiadają niezwykłą zdolność zwilżania i prania i są całkowicie niewrażliwe na wapniowce i kwasy. Roztwory o większej zawartości powyższego produktu posiadają dużą lepkość i nadają się do emulgowania najróżniejszych środków.

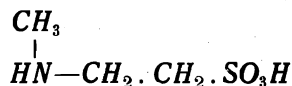
Przykład IV. Przez przemianę kwasu chloroetanosulfonowego z cetylamina otrzymuje się cetylową pochodną tauryny. Związek ten, rozpuszczalny w alkaliach, opada w roztworze obojętnym, prawdopodobnie wskutek wewnętrznego tworzenia soli. Rozpuszcza się go przez dodanie 10 części ługu sodowego o 40° Bé i na zimno traktuje 20 częściami bezwodnika kwasu octowego, dopóki próbka rozpuści się również w kapie li obojętnej. Tak otrzymaną acetylocetylową pochodną tauryny zobojętnia się i zagęszcza. Posiada ona dużą zdolność zwilżania i czyszczenia.

Przykład V. 10 części kwasu *p*-amino- Ω -benzylosulfonowego rozpuszcza się z dodatkiem 10 części ługu sodowego 40° Bé i dodaje przy 0° ÷ 10°C 15 części chlorobezwodnika kwasu olejowego. Przez dodatek ługu sodowego utrzymuje się reakcję stale alkaliczną. Miesza się tak długo, aż produkt rozpuści się klarownie w wodzie, zobojętnia i zagęszcza na łożni wodnej. Produkt otrzymany, czyli olejlo-*p*-aminobenzylosulfonian sodowy jest doskonałym środkiem do prania.

Przykład VI. 300 części chlorobezwodnika kwasu olejowego dodaje się przy 15° ÷ 20° do roztworu soli sodowej *N*-cykloheksylo-tauryny, otrzymanej działaniem cykloheksyloaminy na kwas chloroetanosulfonowy w 150°C, przyczem stosuje się 20% nadmiaru soli *N*-cykloheksylo-tauryny. Przez dodatek ługu sodowego 40° Bé utrzymuje się stale reakcję alkaliczną. Miesza się tak długo, aż próbka produktu rozpuści się klarownie w wodzie i następnie zobojętnia się.

Otrzymana sól sodowa olejlocykloheksylo-
tauryny posiada doskonałe zdolności pie-
niące.

Przykład VII. 245 części wagowych so-
li sodowej *N*-metylotauryny o wzorze



rozpuszcza się w 1000 częściach wody i do-
daje 250 części wagowych acetonu i 450 czę-
ści wagowych chlorobezwodnika kwasu ole-
jowego, a następnie wkrapla, silnie miesza-
jąc, 650 części wagowych 10% ługu sodo-
wego stopniowo, tak aby reakcja była stale
alkaliczną. Temperaturę utrzymuje się w
30° ÷ 40°C. Otrzymany klarowny roztwór
zobojętnia się i zagęszcza. Otrzymuje się *N*-
olejlo-*N*-metylotaurynę jako bezbarwny
produkt; w dotyku jest to produkt podobny
do mydła, rozpuszcza się łatwo i klarownie
w zimnej wodzie. Roztwory soli sodowej
wykazują reakcję obojętną i pianą silnie.
Sole wapniowe oraz kwasy nie powodują
zmętnienia roztworu, względnie nie wpły-
wają na siłę pienienia. Roztwory posiadają
dużą zdolność zwilżania i emulgowania,
niezależnie od reakcji.

Przykład VIII. 150 części wagowych
soli sodowej tauryny rozpuszcza się w 420
częściach wagowych 10% ługu sodowego.
Dobrze mieszając, dodaje się stopniowo 300
części wagowych chlorobezwodnika kwasu
olejowego przy 25° ÷ 35°C. Przeróbka od-
bywa się, jak w przykładzie VI. Otrzymana
oleylotauryna jest w zupełności podobna, co
do wyglądu i własności, do produktu opisa-
nego w przykładzie VI. Podobnie, jak tam-
ten, nie zmienia się przy ogrzewaniu z roz-
cieńczonemi kwasami lub ługami.

Analogicznie wytwarza się taurynian
palmitynooksyetylowy z bezwodnika albo
chlorobezwodnika kwasu palmitynowego o-
raz *N*-oksyetylotauryny $\text{HO} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot$
 $\cdot \text{NH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{SO}_3\text{H}$, oraz innych kwa-
sów aminoalkylosulfonowych, podstawio-

nych przy azocie resztami wyższych kwa-
sów tłuszczowych.

Przykład IX. Mieszaninę, składającą
się z 500 części wagowych chlorobezwodni-
ka kwasu olejowego i 200 części wagowych
chlorobezwodnika kwasu stearynowego, do-
daje się w 30° ÷ 40°C, silnie mieszając,
stopniowo do roztworu, zawierającego 385
części wagowych soli sodowej *N*-metylotau-
ryny; równocześnie dodaje się 100 części
wagowych 10% ługu sodowego, tak aby
mieszanina posiadała stale odczyn alka-
liczny oraz temperaturę w granicach wyżej
podanych. Przeróbka odbywa się, jak w
przykładzie VI. Własności i wygląd tak o-
trzymanej mieszaniny, złożonej z soli sodo-
wej olejlo- i stearylo-*N*-metylotauryny, od-
powiadają własnościom i wyglądowi olejlo-
tauryny. Zamiast chlorku stearylu można
również stosować chlorobezwodnik kwasu
bromo lub chlorostearynowego.

Przykład X. 30 części wagowych soli
sodowej kwasu fenyloimidoetanosulfonowe-
go dodaje się do roztworu 42 części wago-
wych chlorobezwodnika kwasu stearynowe-
go w 11 częściach wagowych pirydyny.
Miesza się, pozwalając temperaturze dojść
do 80°C, aż produkt rozpuści się klarownie
w wodzie. Otrzymany w ten sposób steary-
lo-*N*-fenylotaurynian przeprowadza się naj-
lepiej w 50% roztwór i stosuje jako środek
pomocniczy w farbiarstwie.

Przykład XI. Roztwór 161 części o-
trzymanego według patentu niemieckiego
Nr 258473 3-chloro-2-oksypropano-1-sulfo-
nianu sodowego w 140 części wody oraz 200
części 47% wodnego roztworu metylaminy
ogrzewa się w ciągu 12 godzin w autoklawie
z mieszałem w temperaturze 150°C. Na-
stępnie dodaje się 200 części ługu sodowego
o 40° Bé i tak długo gotuje, dopóki nie
przestanie uchodzić amina. Następnie do-
daje się do powyższego roztworu w 10° ÷
15°C 200 części chlorobezwodników kwa-
sów oleju kokosowego i miesza produkt
reakcji w ciągu 3 ÷ 4 godzin w tempera-

turze pokojowej. Otrzymuje się masę podobną do pasty, która jest bardzo odporna na wapno i posiada doskonałe zdolności piorące. Produkt otrzymany zawiera jako główny czynny składnik mieszaninę *N*-metylotaurynianów kwasów tłuszczowych, zawartych w oleju kokosowym.

Przykład XII. 40 części kwasu *N*-metyloaminometanosulfonowego, otrzymanego działaniem dwusiarczyny formaldehydowego na metylaminę, rozpuszcza się w 250 częściach wagowych wody i dodaje 60 części chlorobezwodników kwasów oleju kokosowego. Chłodząc i dobrze mieszając, dodaje się do mieszaniny w temperaturze $15^{\circ} - 20^{\circ}\text{C}$ 60 części ługu sodowego o 40° Bé. Mieszając w ciągu pewnego czasu, otrzymuje się jako produkt reakcji 410 części około 20% pasty, składającej się z kwasu olejlo-*N*-metyloaminometanosulfonowego. Produkt powyższy rozpuszcza się klarownie w wodzie i jest bardzo odporny na kwasy i środki o odczynie alkalicznym oraz na czynniki nadające twardość wodzie.

Przykład XIII. 25 części dwuetylotauryny, otrzymanej działaniem chloroetylosulfonianu sodowego na dwuetyloaminę, miesza się z 8 częściami pirydyny i 30 częściami benzenu i powyższą masę gotuje się pod chłodnicą zwrotną. Do tego dodaje się następnie 15 części chlorobezwodnika kwasu stearynowego i mieszaninę reakcyjną gotuje się w dalszym ciągu 6 — 8 godzin. następnie oddestylowuje się rozpuszczalnik, rozpuszcza pozostałość w małej ilości wody, zubożętnia roztwór ługiem sodowym, zagęszcza możliwie szybko na łaźni wodnej i suszy w próżni otrzymany ester kwasu monostearynowego z dwuetylotauryną. Nadaje się on zwłaszcza jako środek emulgujący i zmiękczejący do sztucznego jedwabiu.

Produkty, wytworzone analogicznie z kwasu olejowego lub niższych kwasów tłuszczowych i dwuetylotauryny, są również bardzo cenne; posiadają one przedewszyst-

kiem dużą odporność wobec soli i czynników nadających twardość wodzie.

Przykład XIV. 120 części siarczanu allyloaminowego sulfonuje się z 300 części monohydratu przy $35^{\circ} - 40^{\circ}\text{C}$. Następnie wylewa się produkt reakcji na lód i zubożętnia ługiem sodowym. 274 części chlorobezwodnika kwasu palmitynowego dolewa się do powyższego wodnego roztworu w $0^{\circ} - 10^{\circ}\text{C}$, przyczem przez dodatek ługu sodowego utrzymuje się stale odczyn alkaliczny mieszaniny reakcyjnej. Otrzymuje się pastę, którą po pewnym czasie uwalnia się od nadmiaru roztworu soli. Produkt nadaje się zwłaszcza jako środek do prania i egalizowania.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania środków zwilżających, czyszczących, dyspergujących i rozpuszczających, znamienny tem, że kwasy karbonowe szeregu alifatycznego, cykloalifatycznego, alifatyczno-aromatycznego albo aromatycznego, ich pochodne lub produkty podstawienia przetwarza się w amidy kwasów działaniem amoniaku oraz pierwszorzędnych lub drugorzędnych amin, przyczem przynajmniej jeden z materiałów wyjściowych winien zawierać jedną lub kilka grup sulfonowych.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że jako materiały wyjściowe stosuje się związki, zawierające grupę sulfonową, połączoną z węglem na podobieństwo estru.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że jako związek, zawierający grupę sulfonową, stosuje się aminosulfonowy kwas.

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