

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRISKE SVOJINE

KLASA 12 (5)

IZDAN 1 FEBRUARA 1937

PATENTNI SPIS BR. 12887

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a. M., Nemačka.

Kapilarno-aktivna sredstva.

Prijava od 29 januara 1936.

Važi od 1 jula 1936.

Traženo pravo prvenstva od 30 januara 1935 (Nemačka).

Poznato je, da kondenzacioni proizvodi od višemolekularnih masnih kiselina, njenih estera, halogenida, ili anhidrida s jedne strane i oksalkil- odn. aminoalkil-sulfonskih kiselina s druge strane, ili odgovarajućih estera sumporne odn. fosforne kiseline, pretstavljaju vrlo dragocena tekstilna pomoćna sredstva.

Sada je pronađeno, da jedinjenja sa opštom formulom, $R' - Y$

$R . X$

R''

koja sadrže najmanje jedan višemolekularni ostatak, u kojima R'' može da je vodonik ili neki organski ostatak, u kojima R i R' pretstavljaju organske ostatke, X jednu grupu kiselinskog amida i Y kiselinski ostatak neke višebazične neorganske kiseline vezane na ugljenik, azot, sumpor, ili kiseonik, zatim kod kojih je jedan od ostataka R' , R , R'' bar jedanput supstituisan i/ili prekinut pomoću heteroatoma ili grupe koje sadrže iste, ili soli tih jedinjenja, pretstavljaju tehnički vrlo dragocena kapilarnoaktivna sredstva. Naročito dragoceni su proizvodi gornje opšte formule, kod kojih X pretstavlja amidnu grupu karbonske kiseline, a Y sulfo-grupu vezanu na ugljenik, azot ili sumpor i kod kojih je jedan od ostataka R , R' ili R'' bar jedanput supstituisan i/ili pomoću sumpornog i/ili azotnog atoma i/ili pomoću jedne ili više atomskih grupa, koje sadrže azot ili sumpor, je prekinut, te su takođe dragocene soli tih proizvoda. Takođe su tehnički dragocena jedinjenja napred pomenute vrste, kod kojih je rjeđanje jedan od

ostataka R , R' ili R'' supstituisan jedan ili više puta pomoću kiseoničnih atoma vezanih na ugljenik sa obe valencije, i/ili prekinut. Ukoliko Y pretstavlja ostatak jedne višebazične kiseline vezan preko kiseoničnog atoma na organski ostatak, dolaze u obzir pre svega takva jedinjenja, koja su u ostatku R na naznačen način prekinuta.

Prema tome dolaze u obzir jedinjenja, kod kojih na pr. X može da znači:

X može da znači:

Tablica I:

- 1) — CO — N =
- 2) = N — C = O
 ||
 O
- 3) = N — C — N =
 ||
 S
- 4) = N — C — N =
 ||
 NH
- 5) = N — C — N =
- 6) — SO₂ — N =
- 7) = N — SO₂ —
- 8) = N — SO₂ — N =
- 9) = N — PO < itd.,

Y može da znači:

Tablica II:

- 1) — SO₃H
- 2) — O — SO₃H
- 3) = N — SO₃H
- 4) — S — SO₃H
- 5) — O — PO₃H₂

Napred pomenuti prekidi ili supstitucije mogu se na pr. izvršiti pomoću dolenavdenih heteroatoma, ili atomskih grupa koje sadrže heteroatome.

Tablica III:

- 1) — O — ili = O
 2) — S — ili = S
 3) — S — S —
 4) — SO —
 5) — SO₂ —
 6) — N =
 7) pomoću jednog od ostatka nazačenih u tablici I
 8) — C — O —
 9) — O — C —
 10) — SO₂ — O —
 11) — O — SO₂ —

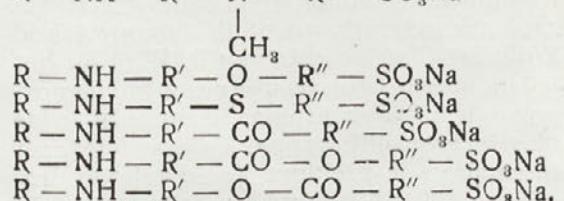
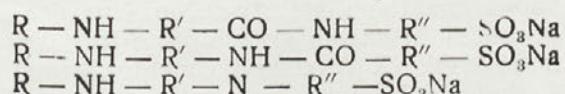
Atomi kiseonika mogu biti prisutni na pr. u obliku oksi-, eter-, keto-, acetalne-, esterne-grupe, ili u obliku grupe karbonske kiseline.

U gornjim tabelama napomenute substitucije ili prekidi, mogu biti zastupljeni jedan ili više puta u molekulu. Opisana jedinjenja odlikuju se uglavnom velikom postojanošću prema izsoljavajući dejstvujućim elektrolitima, kao što su neorganske ili organske soli, alkalije ili kiseline. Dalje imaju veliku postojanost spram višeivalentnih metalnih jonova, tako da se sa uspehom mogu upotrebiti i u kupatilima, koja sadrže takve višeivalentne metalne jone, na pr. kalcijeve ili magnezijumove jone. Ona imaju zatim uglavnom dobru sposobnost za dispergovanje, na pr. prema kalcijevim sapunima i sl. Osim toga su opisani proizvodi pogodni za sve svrhe za koje dolaze u obzir sredstva za oplemenjivanje tekstilija, koja se osnivaju na visokomolekularnim alifatičnim jedinjenjima.

Izrada gore naznačenih jedinjenja, može se vršiti prema već poznatim metodama na najrazličitiji način. Kao ishodne materije za uvođenje visokomolekularnih organskih ostataka, mogu služiti kako alifatična tako i cikloalifatična, ili alifatično-aromatična jedinjenja, na pr. karbonske kiseline, alkoholi, aldehidi, ketoni, ili amini. Tako se na pr. kao ishodne materije za izradu tih proizvoda, mogu upotrebiti visokomolekularne masne i uljane kiseline, koje se javljaju u mastima, uljima, ili voskovima, odn. alkoholi, aldehidi, ketoni, hloridi masnih kiselina ili amini koji se mogu dobiti iz tih kiselina. U ovo spadaju

na pr. zasićene ili nezasićene alifatične karbonske kiseline, kao što su kaprinska, iaurinska, adipinska, pimelinska, palmitinska, uljana kiselina, masne kiseline ribljih ulja, koje delimično mogu da su hidrirane, montanske kiseline, kao i karbonske kiseline, koje se mogu dobiti pomoću oksidacije parafina itd. ili mešavine takvih kiselina, kao i halogenisane kiseline i kiselina, koje sadrže oksi grupe. Na isti način pogodna su i cikloalifatična jedinjenja, npr. smolne ili naftenske kiseline, kao primarna kiselina, ili druge cikloalifatične karbonske kiseline koje sadrže jedan ili više jednostavnih ili kondenzovanih 5- ili 6-prstenova, kao na pr. heksahidrobenzoe kiselina itd. Kao pomešano alifatično-aromatične karbonske kiseline, mogu se upotrebiti, kako jedinjenja, koja imaju karboksilnu grupu u alifatičnom ostatku, tako i jedinjenja koja imaju karboksilnu grupu vezanu neposredno na aromatični ostatak. Kao primeri navode se: fenilstearinjska kiselina, cimetna kiselina, bademska kiselina, butilbenzoe kiselina, butylftalna kiselina, odn. ester monobutylftalne kiseline itd.

Naročito dragoceni proizvodi, kod kojih X pretstavlja jednu amidnu grupu karbonske kiseline, a Y znači ostatak jedne grupe sulfonske kiseline vezane na ugljenik, azot ili sumpor, koja je sa svoje strane vezana sa jednim organskim ostatkom, koji je prekinut i/ili supstituisan pomoću sumpornih i/ili azotnih atoma i/ili pomoću jedne ili više grupa, koje sadrže ili azot ili sumpor, mogu dobiti na relativno jednostavan način. Na pr. mogu se halogenidi karbonskih kiselina pustiti u dejstvo na aminosulfonske kiseline, koje sadrže jedan organski ostatak, koje su u tem organskom ostatku supstituisane i/ili prekinute pomoću azotnih i/ili sumpornih atoma i/ili sadrže atomske grupe, koje imaju ili azotne ili sumporne atome. Jedinjenja, u kojima na njihovim azotnim atomima nisu više vezani zamenljivi vodonični atomi, odlikuju se pri tome naročito jakom aktivnošću. Aminosulfonske kiseline koje dolaze u obzir na pr. sledeće su:



R , R' i R'' znače proizvoljne organske

ostatke, koji u slučaju kondenzacije sa višemolekularnim masnim kiselinama, nafthenovim kiselinama itd. mogu biti nisko-molekularne prirode. Ukoliko se pomenuti heteroatomi ili hetero-atomske grupe već nalaze u visokomolekularnom ostatku, mogu se za opisane reakcije upotrebiti i obične aminosulfonske kiseline, koje u organskom ostatku nemaju prekide ili supstituente. Ipak, naročito pri upotrebi karbonskih kiselin kao meduproizvoda u kojima se već nalaze eterna, tioeterna-amino, esterna, ili amidna grupa kao prekid ugljenovodoničnog lanca, može se i tako raditi, da se prvo visokomolekularne karbonske kiseline dovedu u reakciju sa nekim diaminom, oksiaminom, aminomer-kaptanom, ili nekom amino kiselinom, i tek da se zatim kondenzacioni proizvod dovede u reakciju sa nekom aminosulfonskom, oksisulfonskom ili sulfokarbon-skom kiselinom, odn. sa nekom halogen-sulfonskom kiselinom itd. Ali se može raditi i tako, da se sulfo-grupa tek naknadno veže na jedan kondenzacioni proizvod, koji sadrži heteroatome ili heteroatomske grupe, eventualno i preko jednog kiseoničnog ili sumpornog atoma. Izrada proizvoda, koji sadrže — SO₂H — grupu vezanu na kiseonik ili azot može se vršiti na neobično jednostavan način, pomoću neposrednog sulfonisanja odgovarajućih jedinjenja, koja sadrže OH- odn. NH-grupe.

Opisani proizvodi imaju veliku sposobnost nakvašavanja, dispergovanja, pranja i omešavanja. Oni su vrlo pogodni za pranje vune, kao sredstva za nakvašavanje ili egalizovanje pri bojenju tekstilija u kiselim ili alkalnim kupatilima, kao i za omešavanje tekstilija, a naročito veštačke svile. Isto se tako sa uspehom mogu upotrebiti kao dispergujuća sredstva za ulja, masti, voskove, mineralna ulja, parafin, kao i za čvrste materije, na pr. neorganske ili organske boje, žad, sumpor, blank fiks i t. sl.

Usled svojih odličnih svojstava mogu se ti proizvodi upotrebiti na mnogostruki način u tekstilnoj, kožarskoj, papirnoj i u srodnim industrijama.

Ti se proizvodi mogu upotrebljavati i zajedno sa ostalim sredstvima za dispergovanje, nakvašavanje, pranje itd., na pr. sa sapunima, tursko-crvenim uljem, esterima sumporne kiseline visokomolekularnih alifatičnih alkohola, sulfonskim kiselinama od alkiliranih aromatičnih ugljenovodonika, sa pravim sulfonskim kiselinama od alifatičnih jedinjenja, naročito kondenzacionim proizvodima od hlorida masnih kiselin i sl., sa razgradenim belančevinama itd., dalje sa proizvodima nastalim pri

dejstvu etilenoksida na organska jedinjenja koja sadrže u molekulu oksi-, karboksil-, amino-, merkapto-grupe i sl., sa sposobnim za reakciju H-atomima. Takođe u mešavini sa rastvornim sredstvima, kao sa cikloheksanolom, tetrahlorugljenikom, benzinom i sl., kao i sa drugim sredstvima za oplemenjavanje tekstilija, na pr. sa parafinom, voskovima, uljima, mastima i sl., ili sa neorganskim ili organskim solima, na pr. sa natrijevim acetatom, aluminijskim acetatom, natrijevim tartratom, Glauberovom soli, natrijevim hloridom, perboratima, piro- ili metafosfatima itd., ili u mešavini sa zaštitnim koloidima, na pr. sa tutkalom, gumiarabikom i sl., pokazuju ti proizvodi vrlo dragocena svojstva. Takođe i soli opisanih proizvoda sa mono- ili poliaminima, naročito sa alifatičnim, ili heterocikličnim aminima kao i sa oksialkijaminima ili amonijevim jedinjenjima, koja mogu biti i visokomolekulare prirode, mogu se upotrebiti više strano sa naročitim preimrućtvom.

Sledeći primeri 1—15 objašnjavaju način rada za izradu proizvoda, kod kojih X pretstavlja jednu karbonamid grupu i kod kojih se prekid ili supstitucija vrši pomoću kiseoničnih ili sumpornih atoma. (Poredi tablicu III br. 1—5). Delovi znače u svima slučajevima težinske delove.

Primer 1.

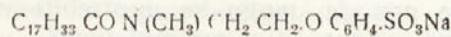
C₁₁H₂₃CO.N(CH₃).CH₂.CH₂O.C₆H₄.SO₃Na 276 delova fenilmonoglikoletra (tač. ključ. 125—127° pri pritisku 15—16) koji se dobija pomoću dejstva etilenhlorhidrina na natrijev fenolat u vodenno-alkalnom rastvoru, pri temperaturi ključanja, sulfoniše se sa rastvorom hlorosulfonske kiseline na 0—10°. Reakcioni proizvod sipa se zatim u eteru na led i neutrališe se sa natrijevom lužinom. Natrijev sulfonat kristališe se iz tog rastvora u skoro čistom obliku.

150 delova izrađenog natrijevog sulfonata zagreva se u autoklavima u toku od 12 časova na 140° zajedno sa 77,5 delova metilamina u obliku 30% vodenog rastvora. Reakcioni proizvod se alkališe sa natrijevom lužinom, suvišan metilamin se oddestiliše, ostatak se više puta izluži etrom i rastvorno sredstvo se oddestiliše posle sušenja sa bezvodnom Glauberovom soli. Na 103—110° i 12 mm pritiska predestiliše 37 delova sekundarnog amina.

U jedan rastvor od 20 delova tog sekundarnog amina na 50 delova vode i 100 delova acetona, dodaje se pri 20° polako uz mešanje 28,9 delova hlorida laurinske kiseline i natrijeve lužine u takvoj količini,

da rastvor ostane stalno alkalan. Za upotpunjavanje reakcije, meša se još u toku od nekoliko časova na 20°. Gornji od oba stvorena sloja (rastvor acetona), odvoji se u odvojenom levku, voden i rastvor se više puta istrese sa acetonom, i združeni rastvori se na vodenom kupatilu otpare do suvog. Na taj način dobije se 50 delova odgovarajućeg amida laurinske kiseline, koji se pomoću sulfonisanja sa monohidratom sumporne kiseline i oleumom od 23% SO_3 -sadržine i priključnog neutralisanja sa natrijevom lužinom, prevode u natrijev sulfonat amida fenoksietil-metil-laurinske kiseline. Dobiva se sa dobrim iskorišćenjem jedan proizvod, koji se brzo rastvara u vodi, čiji rastvor ima dobro dejstvo dispergovanja pene i kalcijevih sapuna.

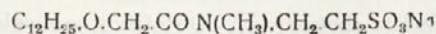
Primer 2.



U 28 elova u primeru 1 navedenog fenoksietilmelamina pusti se da, na 40—50°, uz mešanje, polako utiče 60 delova monohidrata sumporne kiseline. Zatim se pri istoj temperaturi meša još u toku od jednog časa, pa se uz hlađenje sa ledom doda 60 delova vode. Talog, koji isпадa po hlađenju rastvora, ocedi se.

30 delova dobivene sulfonske kiseline rastvori se u 200 delova vode i 13 delova 10 n-natrijeve lužine. U taj rastvor pusti se da uitče pri 20°, uz mešanje, 39 delova hlorida uljane kiseline i natrijeve lužine u takvoj količini, da rastvor stalno reaguje alkalno na fenolftalein. Voluminozan talog, koji se stvara pri reakciji rastvara se ponovo pomoću dodatka od 100 delova acetona. Posle jednočasovnog mešanja, pri običnoj temperaturi, otpari se aceton zagrevanjem na vodenom kupatilu. Dobiveni ostatak rastvori se u 500 delova 50%-nog alkohola i rastvor se, pošto se zakiseli sa razredenom sumpornom kiselinom, izluži (izmučka) sa ligroinom. Zatim se vodeno-alkoholni rastvor neutrališe sa natrijevom lužinom, otpari do suvog i soni ostatak se, pomoću ekstrakcije sa alkoholom, oslobada od neorganskih soli. Dobiveni proizvod odlikuje se naročito velikom sposobnošću da disperguje kalcijeve sapune.

Primer 3.

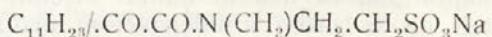


68 delova hlorida dodeciloksisirčetne kiseline pusti se da utiče pri 15—20° u toku od pola časa u jedan voden rastvor od 145 delova N-metiltaurina, koji sadrži 24.2% slobodnog metiltaurina, dok se

istovremeno dodaje polako 40 delova 10 n-natrijeve lužine. Mešavina se zatim zagreje na 30° i podešava se sa 15 delova hlorovodončne kiseline 1:1 na alkalnu reakciju na lakmus.

Dobiveni proizvod (124 dela), koji sadrži 61% dejstvuće supstance, suši se u vakuumu. Pomoću prekristalisanja dobiva se natrijeva so dodeciloksisirčetne kiseline-N-metiltaurida u čistom obliku. Proizvod je pogodan, zbog njegove izvanredne sposobnosti za zaštitu spram kalcijevih sapuna, za sve postupke čišćenja i ispiranja.

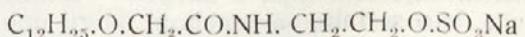
Primer 4.



57 delova (kiselinskog) hlorida od α ketotridecilske kiseline (izradegog od α ketotridecilske kiseline i tionilhlorida), pušta se da utiče pri 15—20° u toku od $\frac{1}{2}$ časa u 145 delova rastvora N-metiltaurina, koji sadrži 24.2% slobodnog metiltaurina, dok se istovremeno polagano dodaje 24 dela 10 n-natrijeve lužine. Mešavina se zagreje na 30° i podesi se sa 15 delova hlorovodončne kiseline 1:1 da bude alkalna na lakmus. Zatim se proizvod u vakuumu otpari i suši.

Dobiva se sirovi proizvod u iskorišćenju od 126 delova sa sadržinom od 60% delujuće supstance. Pomoću prekristalisanja, dobiva se natrijumova so α ketotridecilske kiseline-N-metiltaurida u čistom stanju.

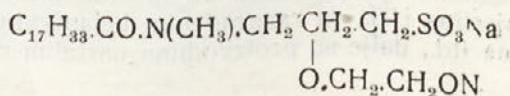
Primer 5.



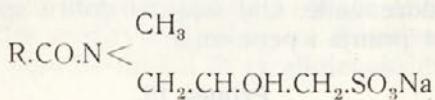
100 delova estera etanolaminsumporne kiseline rastvori se u 350 delova 2 n-natrijeve lužine i tome se doda pri 0°, uz dobro mešanje, 85 delova hlorida dodeciloksisirčetne kiseline (izrdenog od dodecilsirčetne kiseline i tionilhlorida) i 170 delova 2 n-natrijeve lužine. Priključno tome meša se reakciona mešavina još u toku od jednog časa pri običnoj temperaturi.

Reakcioni proizvod se zatim zgušnjava na vodenom kupatilu, zatim se hlađi, pri čemu se najvećim delom taloži natrijeva so estera dodecil-oksacetil-amino- etanol-sulfonske kiseline. Pomoću prekristalisanja iz acetona može se proizvod dobiti u čistom obliku.

Primer 6.

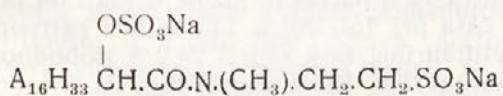


100 delova kondenzacionog proizvoda od hlorida uljane kiseline i natrijevog metilaminoooksipropansulfonata, koji ima formulu



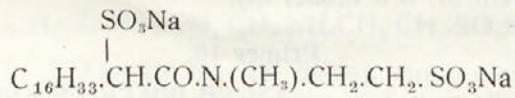
obraduje se na poznat način sa 10 delova etilenoksida. Nastaje verovatno jedan reakcioni proizvod gore navedene formule u koji se isto tako kao i u ishodni materijal mogu uvesti acetilne grupe, pomoću esterovanja hidroksilne grupe, na pr. sa anhidritom sirćetne kiseline.

Primer 7.



U mešavinu od 90 delova α -oksistearinske kiseline-N-metiltaurida (izrađenog prema postupku francuskog patentnog spisa br. 789004) i 500 delova tetrahlorugljenika, pušta se da utiče 23 dela hlor-sulfonske kiseline, pri 22—25°. Reakciona mešavina zagreva se da ključa u toku od 1 časa, zatim se unosi u ledenu vodu, neutrališe sa natrijevom lužinom, a potom se otpari do suvog.

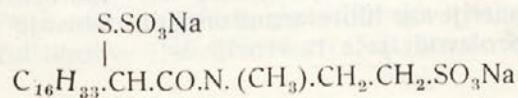
Primer 8.



U 580 delova 10%-nog vodenog rastvora metiltaurina razmeša se na temp. između 10 i 30° 132 dela bromida α -bromstearinske kiseline i istovremeno toliko natrijeve lužine, da reakcija ostane stalno alkalna. Zatim se reakcionala mešavina meša u toku od više časova, neutrališe se sa sumpornom kiselinom doda joj se 50 delova natrijevog sulfita, mešavina se ponova meša oko 18 časova pri 90° i otpari se do suvog. Dobiveni proizvod je dobro rastvorljiv u običnoj i tvrdoj vodi, kao i prisustvu mineralnih kiselina.

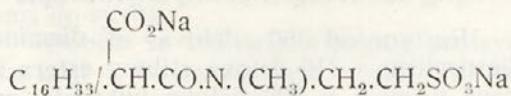
Mesto 132 dela bromida α -bromstearinske kiseline, može se upotrebiti i 115 delova hlorida hlorstearinske kiseline, koji se dobiva pomoću hlorisanja hlorida stearinske kiseline sa 1 mol. hloria pri 40—60°. Sa hloridom se radi na isti način, kao što je gore opisano.

Primer 9.



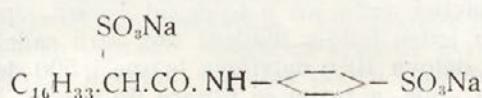
Radi se na način opisan u primeru 8, ali se umesto 50 delova natrijevog sulfita upotrebljuje 90 delova natrijevog tiosulfata.

Primer 10.



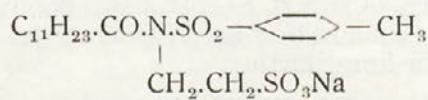
Rastvor od α -bromstearinske kiseline-N-metiltaurida, dobiven prema upustvima iz primera 8, neutrališe se sa sumpornom kiselinom i po dodatku od 40 delova kalijskog cijanida i 50 delova vode zagreva se u toku od 18 časova na 70°. Pri tome stvoreni α -cijanstearinske kiseline-N-metiltaurid, može se ekstrahirati iz rastvora sa butanolom. Rastvor butanola se otpari i proizvod se zagreva sa 500 delova 10%-ne vodene natrijeve lužine do prestanka razvijanja amonijaka. Tako se dobiva α -karboksistearinske kiseline-N-metiltaurid, čija natrijeva so se može dobiti pomoću neutralizacije rastvora sa razredenom sumpoeom kiselinom i otparavanja.

Primer 11.



U 80 delova sulfanilske kiseline doda se 400 delova vode i toliko natrijeve lužine, da se dobije slabo alkalan rastvor. U taj rastvor zameša se pri 20—30° 132 dela neprečišćenog bromida α -bromstearinske kiseline i istovremeno toliko natrijeve lužine, da rastvor stalno ostane alkalan. Zatim se reakcionala mešavina meša još u toku od nekoliko časova, neutrališe se, i doda joj se oko 600 delova vode i 50 delova natrijevog sulfita. Zatim se još jednom meša u toku 18 časova, pri 90° i otpari se reakcionali proizvod do suvog.

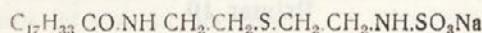
Primer 12.



U 35.5 delova p-toluolsulfoalauroilamida doda se 50 delova 2-n-natrijeve lužine i zatim 250 delova ksilola. Uz mešanje i stalno dodavanje suvog ksilola destiliše se tako dugo, dok ksilol ne počne da prelazi bez vode. Onda se reakcionala mešavina doda 17 delova natrijevog hlorretansulfonata i kuva se uz mešanje u toku od 10 časova na povratnom hladnjaku. Zatim se ksilol oddestiliše, a reakcionala mešavina se zbog upotpunjena reakcije

zagreva još kratko vreme na 220°. Dobiveni ostatak može se bez daljeg prečišćavanja upotrebiti kao sredstvo za pranje, nakvašavanje i dispergovanje.

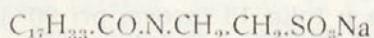
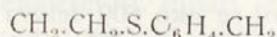
Primer 13.



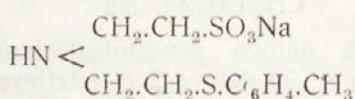
Rastvor od 360 delova β - β' -diaminodietilsulfida i 310 delova etilnog estera uljane kiseline u 500 delova butanola, zagreva se sa povratnim hladnjakom da ključa. Posle 20 časova oddestiliše se butanol, ostatak se rastvori u etru, a eterni rastvor se više puta promučka sa vodom, da bi se odstranio suvišni β -diaminodietilsulfid. Eterni rastvor se zatim pažljivo suši sa Glauberovom soli. Posle destilisanja etra ostaje jedno ulje, koje se pri običnoj temperaturi švršnjava, a koje se uglavnom sastoјi od monaciliranog β - β' -diaminodietilsulfida i sadrži kao nečistoću male količine diaciliranog amina.

170 delova tako dob.venog proizvoda rastvori se u 80 delova etra i 105 delova piridina. U taj rastvor pušta se da utiče postepeno, uz mešanje, pri oko 30°, jedna mešavina od 56 delova hlorsulfonske kiseline i 100 delova etra. Zatim se reakciona mešavina meša još u toku od 2 časa, sipa se u jedan ledom hladeni sud, koji sadrži 120 delova 10 n-natrijeve lužine i 500 delova vode, a zatim se otpara do suvog. Iz osušenog proizvoda odstranjuje se pomoću ekstrahovanja etrom male količine diaciliranog amina koje su ostale nesulfonise. Tako se dobiva jedan proizvod, koji se bistro rastvara u vodi, koji ima visoku sposobnost za punošavost, pranje i nakvašavanje i koji je otporan na kreč.

Primer 14.



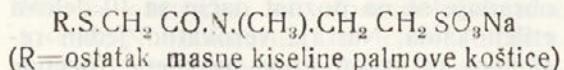
Pomoću reakcije natrijevog hloretansulfonijata sa p-krezil- β -aminoetil-tioetrom $H_2N.CH_2.CH_2.S.C_6H_4.CH_3$, dobiva se jedna aminosulfonska kiselina koja ima sledeću konstituciju:



4.5 delova te aminosulfonske kiseline rastvori se u 15 delova vode. Dobiveni rastvor podesi se pomoću dodavanja natrijeve lužine da bude alkalan na triacen i njemu se dodaje pri 30—40° postepeno 3 dela hlorida uljane kiseline i toliko alkalijeve lužine, da reakcija uvek ostane al-

kalna na triacen. Posle mešanja završava se kondenzacija. Dobiveni kondenzacioni proizvod lako je rastvorljiv u vodi. Njegovi vodeni rastvori otporni su na razredene kiseline i neosetljivi su na stvaraocu tvrdoće vode. Oni imaju i dobru sposobnost pranja i punošavanja.

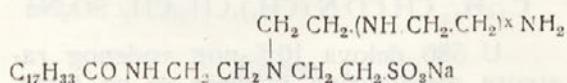
Primer 15.



81 deo (kiselinskog) hlorida palmove koštice masne merkaptosirčetne kiseline (izradene od palmove koštice masne merkaptosirčetne kiseline i fosfornog trihlorida), pušta se da utiče istovremeno sa 35 delova 10 n-natrijeve lužine u toku od pola časa pri 15—20° u 145 delova rastvora metiltaurina, koji sadrži 24.2% slobodnog metiltaurina. Posle zagrevanja na 30°, podesi se šarža sa 15 delova hlorovodonične kiseline 1 : 1 da bude alkalna na lakmus, a zatim se suši u vakuumu. Tako se dobiva 153 dela jednog sirovog proizvoda sa 63% delujuće supstance. Pomoću prekrstalisanja iz etilalkohola, dobiva se u čistom obliku natrijeva so palmove koštice masne merkaptosirčetne kiseline-N-metiltaurida.

Primeri 16—19 objašnjavaju izradu proizvoda kod kojih se vrši prekid ili substitucija karbonamidne grupe sadržavajućih proizvoda, pomoću azotnih atoma (poredi br. 6 u tablici III).

Primer 16.



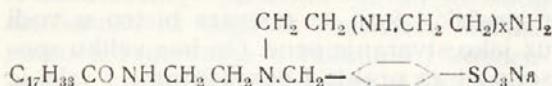
100 delova jednog amidnog reakcionog proizvoda od uljane kiseline sa mešavinom tehničkog polialkilenpoliamina (izrađenog pomoću višečasovnog zagrevanja komponenata na 150—200° i priključnog oddestilisanja suvišnog amina), meša se sa 56 delova praškovitog natrijevog hloretansulfonijata pri 120—140° tako dugo, dok masa ne postane sasvim homogena. Tako dobiveni proizvod rastvorljiv je kako u vodi, koja ima kiselu reakciju, tako i u onoj, koja ima alkalnu reakciju. On je jako postojan spram stvaraoca tvrdoće u vodi. Proizvod ima dalje dobru sposobnost za pranje, punošavanje, nakvašavanje, dispergovanje, egaliziranje i omekšavanje tekstilija.

Ako se 100 delova gore pomenutog kondenzacionog proizvoda uljane kiseline, doveđe u reakciju sa oko 100—150 delova natrijevog hloretansulfonijata, dobivaju se proizvodi jače rastvorljivosti u vodi, koji

su u pogledu pojedinih svojstava prema napred pomenutom proizvodu sulfonisanja još poboljšani.

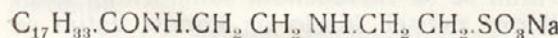
Rastvorljivost u vodi, odn. otpornost na elektrolite proizvoda reakcije može se dalje još povećati pomoću obrade sa alkirajućim sredstvima, na pr. sa dimetilsulfatom, benzihloridom, ili sa alkilenoksidima.

Primer 17.



U jedan rastvor od 75 delova natrijevog benzihlorid-p-sulfonijata u oko 300—400 delova vode dodaje se pri 40—50° polako i mešajući rastvor od 100 delova bazinskog amida uljane kiseline, pomenutog u primeru 16, u 200—300 delova acetona. Posle višečasovnog mešanja dodaje se polako oko 190 delova 10%-nog rastvora sode i zatim se temperatura postepeno podigne na 70—80°. Tako dobiveni rastvor otpari se i suvi ostatak ekstrahuje se sa benzinom ili etrom. Dobiva se proizvod rastvorljiv u vodi, čiji vodeni rastvori pokazuju dobru otpornost spram kreča, kiselina i alkalija. Proizvod pokazuje slična dejstva kao reakcioni proizvod sa hlore-tansulfonskom kiselinom, opisan u primeru 16.

Primer 18.

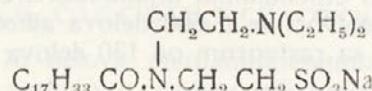


U rastvor od 100 delova mono-oleil-etylendiamina u 900 delova 70%-nog alkohola, dodaje se 80 delova tehničkog (60%-

nog) natrijevog hlore-tansulfonijata i 20 delova 10 n-natrijeve lužine i zatim se sve to zagreva, u toku od 10 časova, na 140°, u autoklavu sa mešalicom. Posle rashlajnenja odstranjuju se sporedni proizvodi pomoću obrade sa petroletrom, a alkoholno voden rastvor se posle neutralizacije otpari do suvog.

Dobiva se 165 delova jednog proizvoda, koji se bistro rastvara u vodi. Tai rastvor je otporan na kreč.

Primer 19.



U 270 delova 10%-nog vodenog rastvora N(dietilaminoetil)-taurina, koji ima formulu $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N.C}_2\text{H}_4.\text{NH.C}_2\text{H}_4.\text{SO}_3\text{H}$, dodaje se pri 25—35° polako 30 delova tehničkog hlorida uljane kiseline i istovremeno oko 15 delova 33%-ne lužine. Rastvor treba za vreme kondenzacije da reaguje alkalno na triacen. Zatim se uz polaganje zagrevanje na 50—60° reakcionala mešavina, meša u toku od oko 1 časa i priključno tome, neutrališe se. Otpari se do 100 delova i dobiva se jedna bela pasta, koja se lako rastvara u vodi. Rastvor je otporan spram stvaraoca tvrdoće u vodi i spram kiselina. On ima dobru sposobnost za pranje, nakvašavanje, dispergovanje, egaliziranje i penuštanje.

Primeri 20—25 opisuju izradu proizvoda sa karbonamid grupama, kod kojih se prekid ili supstitucija vrši pomoću jedne grupe kiselinskih amida (poredi br. 7 u tablici III).

Primer 20.



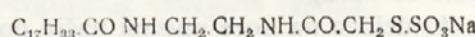
50 delova mono-oleil-etylendiamina rastvor se u 100 delova butanola i posle dodatka od 100 delova dietilester-a oksalne kiseline, zagreva se u toku od 5 časova da ključa. Pri hladjenju talože se male količine sporednih proizvoda, koji se odfiltriraju. Butanol i još prisutni u suvišku dietilester oksalne kiseline oddestilišu se u vakuumu. Ostatak (52 dela) rastvori se u 200 delova alkohola. Zatim se dodaje 15 delova etanolamina, pri čemu se odmah stvara talog. Za upotpunjavanje reakcije, zagreva se još u toku od 1 časa da ključa i sve se otpari do suvog.

26 delova tako dobivenog reakcionog proizvoda suspenduje se u 80 delova apsolutnog etra. U suspenziju pušta se da utiče pri 5—10° 20 delova hlorsulfonske kiseline rastvorene u 16 delova etra. Stvara se bi-

star rastvor, koji se uliva u 40 delova 10 n-natrijeve lužine i led. U rastvor se sipa alkohol i odstranjuju se neželjeni sporedni proizvodi pomoću petroleta.

Pomoću otparavanja alkoholno-vodenog rastvora dobiva se reakcionali proizvod u suvom obliku, koji je bistro rastvorljiv u vrućoj vodi. U vodi od 30 nemačkih stepena tvrdoće proizvod je mutno rastvorljiv, a pri zagrevanju postaje rastvor bistar. Rastvorljivost proizvoda može se poboljšati, ako se kao ishodni materijal upotrebljuju kiselinski amidi pogodnih alkiliranih baza.

Primer 21.



U jedan rastvor od 162 dela etilendia-

mida monouljane kiseline u 100 delova etra i 45 delova piridina, pusti se da postepeno utiče uz mešanje pri temperaturi od 0—10° rastvor od 57 delova hloracetilhlorida u 50 delova etra. Posle dvočasovnog mešanja, rastvori se reakcioni proizvod u vodi, zakiseli se sa hlorovodoničnom kiselinom i staloženi etilendiamid uljane-hlorsirčetne kiseline ekstrahuje se sa etrom. Eterni rastvor suši se sa bezvodnom Glauberovom soli. Po oddestilovanju etra ostali etilendiamid uljane-hlorsirčetne kiseline rastvori se u 500 delova alkohola i zajedno sa rastvorom od 130 delova kri-

staliziranog natrijevog tiosulfata u 200 delova vode zagreva se na povratnom hladnjaku da ključa u toku od više časova, dok se jedna proba skoro bistro rastvara u vodi. Zatim se reakcioni proizvod otpari do suvog i pomoću ekstrakcije sa etrom odstrani se nepromjenjeni etilendiamid uljane-hlorsirčetne kiseline. Tako se dobija jedan beli proizvod, koji se može usitniti u prašak i koji se rastvara bistro u vodi uz jak stvaranje pene. On ima veliku sposobnost za pranje i nakvašavanje i vrlo je neosetljiv spram stvaraoca tvrdoće u vodi.

Primer 22.

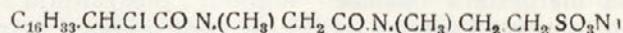


U jedan rastvor od 60 delova etilendiamina u 750 delova vode pusti se da utiče pri -5 do 0°, uz mešanje, rastvor od 271 dela hloracetilhlorida i 127 delova natrijevog karbonata u 400 delova vode i to tako, da rastvor uvek jasno reaguje alkalno spram fenoltaleina. Pošto je unesena polovina kiselinskog hlorida, dovodi se stvoreni talog ponova u rastvor pomoću dodatka od 250 delova vode i 400 delova acetona. Posle unošenja celokupnog hlorida kiseline, meša se reakcionalna mešavina još pola časa, aceton se oddestiliše na vodenom kupatilu, rastvor se zakiseli sirčetnom kiselinom i po tom se ocedi pri ohlajivanju stvoreni di-hloracetil-etilendiamid.

106.5 delova tog proizvoda rastvori se u 1000 delova 35%-nog alkohola. U taj rastvor pusti se da utiče, pri 80° uz mešanje rastvor od 126 delova $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ u 500 delova 30%-nog alkohola i zatim se pri istoj temperaturi meša još u toku od 1 časa. Rastvor se odpari u vakuumu skoro do suvog i zatim se u autoklavu zagreva u to-

ku od 12 časova pri 100° sa 300 delova 30%-nog alkoholnog metilamina. Rastvor se zatim odvaja od čvrstih sastojaka, alkalije se sa natrijevom lužinom i alkoholni rastvor se otpari. Tako se dobiva zatvoren mrki proizvod, koji se rastvara u 200 delova vode i kome se dodaje uz mešanje pri 10—15° 150 delova hlorida uljane kiseline i toliko natrijeve lužine, da rastvor reaguje stalno alkalno. Pri tome dobiveni talog ponova se rastvara pomoću dodatka od 150 delova acetona. Za upotpunjavanje reakcije, meša se reakcionalna mešavina još u toku od 1 časa pri običnoj temperaturi, zatim se sa razredenom sumpornom kiselinom zakiseli kiselo na kongo, zatim se rastvara u 50%-nom alkoholu i sa ligroinom se ekstrahuje, dok jedna proba po isparavanju alkohola postane bistro rastvorljiva u vodi. Rastvor se neutrališe sa natrijevom lužinom i posle ulivanja nešto etra dodaje mu se natrijev hlorid. Izsoljavani proizvod suši se i dobiva se u slobodnom soli obliku.

Primer 23.

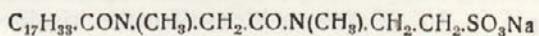


U jedan rastvor od 33 dela sarkozina u 200 delova vode dodaje se polako pri oko 10° 150 delova bromida α -bromstearinске kiseline i toliko natrijeve lužine, da reakcija ostane stalno alkalna. Reakcionalna mešavina meša se još u toku od nekoliko časova, zatim se razredi sa 1000 delova vode i doda joj se 80 delova 50%-ne natrijeve lužine. Posle daljnog oko 12 časovnog mešanja pri 90—100°, neutrališe se sa sumpornom kiselinom i reakcionalni proizvod se odpari do suvog.

40 delova na gore opisani način dobivenog sarkozida α -oksistearinske kiseline razmeša se sa 30 delova fosfornog pentahlorida, pri čemu nastupa živahna reakci-

ja. U dobiveni žilavi reakcionalni proizvod si pa se ledena voda, voda se odvoji, još jednom se inspira vodom i zatim se obraduje sa 100 delova 20%-nog rastvora metiltaurina : 100 delova vode pri oko 30°, pri čemu se vodi računa o stalnoj alkalnoj reakciji, dodajući postepeno natrijevu lužinu. Posle neutralizacije reakcionalnog proizvoda sa sumpornom kiselinom otparava se do suvog i dobiva se proizvod gore navedenog sastava.

Primer 24.

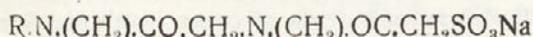


80 delova natriumove soli N-metiltaurina dovodi se u vodeno-alkalnom rastvo-

ru u reakciju sa hloracetilhloridom. (Nepromjenjeni metiltaurin nije mogao biti dokazan). Dobiveni rastvor otpari se u vakuumu, ostatak se po ekstrahovanju prisutnog natrijuma hlorisirčetne kiseline sa metanolom ostavi da stoji u toku od 2 dana sa velikim suviškom rastvora 33%-nog metilamina.

Tako dobivena natrijeva so sarkozil-N-metiltaurina osloboda se od suvišnog metilamina uz dodatak natrijeve lužine, pomoću zagrevanja u vakuumu i kondenzuje se sa 150 delova hlorida uljane kiseline. Posle ekstrakcije sirovog proizvoda sa alkoholom, dobiva se 150 delova u slobodnom od soli obliku natrijumove soli oleil-sarkozil-N-metiltaurina u vidu voštane, skoro bezbojne mase.

Primer 25.



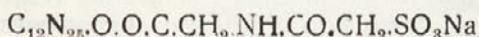
100 delova lorolmetilamina (tačka ključ. 120—250° pri pritišku 14 mm) dovodi se u reakciju u benzolu uz dodatak piridina i uz hladjenje sa 70 delova hloracetilhlorida.

Tako dobiveni hloracetil-lorolmetilamin prevodi se pomoću obrade sa suvišnim 33%-nim alkoholnim rastvorom metilamina u sarkozil-lorolmetilamin. Proizvod se zatim u vakuumu uz dodatak natrijevog etilata oslobada od suvišnog metilamina i alkohola.

Pomoću dejstva hloracetilhlorida na dobiveni sarkozil-lorolmetilamin u benzolu uz dodatak piridina, dobiva se hloracetil-sarkozil-lorolmetilamin. Taj proizvod, pošto je pranjem sa razredenom hlorovodoničnom kiselinom i vodom prečišćen i oslobođen od benzola i piridina, preradi se pomoću zagrevanja sa 125 delova kristaliziranog natrijevog sulfita u vodenom alkoholu u sulfonsku so gore navedenog sastava. Dobiva se 350 delova reakcionog proizvoda u obliku 20%-ne paste.

Primeri 26—28 opisuju izradu proizvoda, kod kojih X predstavlja jednu karbonamidnu grupu i kod kojih se prekid ili supstitucija vrši pomoću esternih grupa (poredi br. 8—11 tablice III).

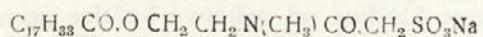
Primer 26.



40 delova hloracetilglikokola zagrevaju se u vakuumu na 120—130° u toku od 4 časa zajedno sa 100 delova dodecilalkohola pri čemu se stvara dodecilni ester hloracetilglikokola. Zatim se suvišni dodecilalkohol oddestiluje i ester u vodenom rastvoru alkohola pomoću kuvanja sa 70

delova kristalizovanog natrijevog sulfita prevodi u so sulfonske kiseline. Dobiveni rastvor se u svrhu odvajanja još prisutnog dodecilalkohola ekstrahuje sa ligroinom uz dodatak vode, pri čemu se sulfonske kiseline najvećim delom prelazi u ligroinski sloj. Ligroinski ekstrakti izmučkaju se sa 90%-nim etilalkoholom. Posle otparavanja rastvornog sredstva ostatak se prekrstališe.

Primer 27.

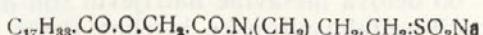


75 delova metilaminoetanola dovode se u reakciju u vodeno-alkalnom rastvoru sa nešto više od molekularne količine hloracetilhlorida. Stvoreni N-hloracetil-metil-ethanol-amin rastvara se, po otparavanju vode u vakuumu, u acetonu, zatim se dobro suši sa Glauberovom soli, a potom se kondenzuje u rastvoru hloroformu sa 75 delova hlorida uljane kiseline pri običnoj temperaturi.

Posle oddestilovanja hloroformu i stvorene hlorovodonične kiseline, prevodi se stvoreni ester uljane kiseline hloracetil-metilaminoetanola pomoću zagrevanja u vodenom rastvoru alkohola sa 125 delova kristalizovanog natrijevog sulfita u odgovarajuću sulfonsku so.

Zatim se još prisutna slobodna uljana kiselina ekstrahuje sa ligroinom, a vodeno-alkoholni rastvor se otpari do suvog. Iz toga se može pomoći ekstrakcije sa alkoholom dobiti reakcioni proizvod u čistom obliku.

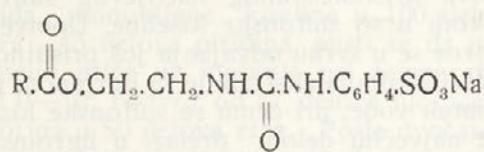
Primer 28.



Natrijumova so metiltaurina kondenzuje se u vodeno-alkalnom rastvoru sa hloracetilhloridom i natrijum hlorisirčetne kiseline i ekstrahuje pomoću metanola. 145 delova tako dobivene natrijeve soli hloracetil-metil-taurina zagreva se sa povratnim hladnjakom da ključa sa 180 delova kalijevog oleata i 1500 delova propnola, u toku od 24 časa. Posle ohlađenja reakcione mešavine ocede se nerastvorljivi sastojci, koji se sastoje od glavne količine stvorene natrijeve soli oleil-oxi-acetil-N-metiltaurina i od kalijevog hlorida. Dobiveni proizvod podesi se sa Glauberovom soli u preparat sa 20% sadržine uljane kiseline, koji ima vrlo dobru sposobnost za dispergovanje kalcijevih sapuna.

Primeri 29 i 30 opisuju proizvode kod kojih X predstavlja jednu karbamid-grupu (poredi tablicu I. br. 3—5).

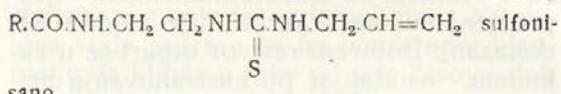
Primer 29.



(R = alkalni ostatak masne kiseline od palmove koštice).

45 delova oksietil-fenilkarbamida, koji se može dobiti dejstvom etanolamina na fenilizocijanat, esteruje se sa 55 delova masne kiseline od palmove koštice pomoću 11-točasovnog zagrevanja na 130—150°. 25 delova tako dobivenog estera sulfoniše se pri 40—50° sa 25 delova monohidrata sumporne kiseline i 25 delova oleuma 23% SO_3^- -sadržine. Mešavina posle sulfonisanja meša se zatim u toku od 1 časa pri 50°. Proizvod sulfonisanja sipa se na led, neutrališe se sa natrijevom lužinom, u rastvor se sipa isti volumen alkohola i staloženi natrijev sulfat se ocedi. Posle zakišeljavanja sa razredenom sumpornom kiselinom, mučka se vodeno-alkoholni rastvor sa ligroinom, dok se jedna proba po otparavanju alkohola bistro ne rastvara u vodi. Zatim se rastvor ponova neutrališe i otpari da se dobije jedna pasta sa oko 15% masne sadržine. Dobiveni proizvod ima vrlo dobro dejstvo penušanja.

Primer 30.



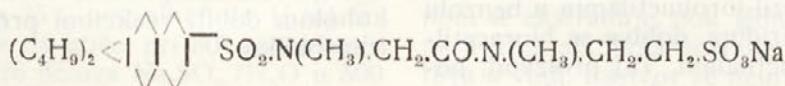
(R = alkalni ostatak masne kiseline od kokosovog ulja).

120 delova monoamida masne kiseline od kokosovog ulja i etilendiamin rastope se uz mešanje pri 45° i dodaje im se polako 34.4 dela alilsenfnog ulja, pri čemu treba paziti, da se temperatura ne popne preko 50°. Pred kraj reakcije taloži se stvoreni tiokarbamid u vidu polučvrste mase. Posle jednočasovnog mešanja pri 50° i stajanja preko noći pri običnoj temperaturi oddestiliše se u vakuumu neprevedeno alilsensno ulje, pri čemu ostaje 140 delova čvrstog reakcionog proizvoda.

20 delova tog proizvoda rastvoři se u 30 delova anhidrida sirčetne kiseline i tome se doda uz mešanje pri 20° 34 dela monohidrata sumporne kiseline. Zatim se reakcioni proizvod, meša u toku od 16 časova pri običnoj temperaturi. Proizvod sulfonisanja sipa se na led i neutrališe se sa natrijevom lužinom. Tako dobiveni proizvod bistro je rastvorljiv u vodi i ima veliku moć penušanja.

Primeri 31—36 objašnjavaju izradu proizvoda kod kojih X pretstavlja jednu sulfonamid grupu poredi tablicu I. br. 6—8).

Primer 31.



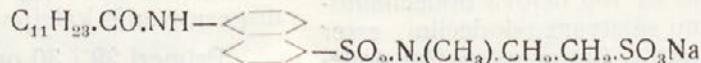
65 delova mešavine natrijevih soli di-tributil-naftalinsulfonske kiseline (koja se dobiva pomoću sulfonisanja mešavine od 1 mol. naftalina i $2\frac{1}{2}$ mol. butanola) prevode se na uobičajen način pomoću ribarija sa fosfornim pentahloridom u sulfohlorid i poslednji se pomoću ispiranja sa hladnom vodom oslobodi od fosfornih hlorida. Dobiveni sulfohlorid rastvori se u 30 delova natrijeve soli sarkozina i pri 30—40° unosi se polako u 170 delova vode, pri čemu se pomoću dodatka natrijeve lužine održava stalno u slabo alkalnom stanju. Pomoću zagrevanja na 60—70°, reakcija se završava. Zatim se reakciona mešavina zakiseli i staložena karbonska kiselina se

odvoji.

50 delova natrijeve soli te karbonske kiseline prevode se, na isti način naveden gore za sulfonsku kiselinu, u hlorid karbonske kiseline i isti se polako unosi pri 40—50° u 100 delova 20%-nog rastvora natrijeve soli metiltaurina, pri čemu se i ovde mora voditi računa, da reakcija mešavine ostane stalno alkalna. Posle završene reakcije suši se reakciona mešavina na valjkastom sušaču.

Dobiveni proizvod lako se rastvara u vodi u jako penušave rastvore, koji su postojani spram kiselina i stvaraoca tvrdoće i koji imaju vrlo dobru sposobnost nakvašavanja, čišćenja i emulgiranja.

Primer 32.



100 delova lauroil- α -naftilamida sul-

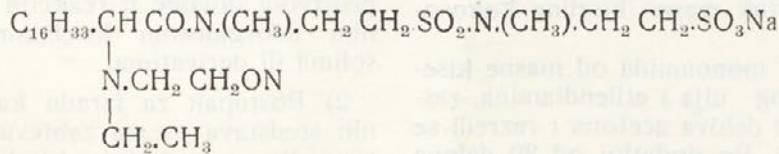
foniše se sa 200 delova monohidrata sum-

porne kiseline pri oko 60° , zatim se izvodu sulfonisanja doda 300 delova leda i staložena sulfonska kiselina se odvoji.

100 delova suve natrijeve soli sulfonske kiseline, prevede se na uobičajeni način sa fosfornim pentahloridom u sulfohlorid. Zatim se hlorid pri $30-40^{\circ}$ pomeša sa 200 delova 20%-nog rastvora natrijeve

soli metiltaurina, pri čemu se vodi računa, da reakciona mešavina ostane stalno slabo alkalna. Dobiveni kondenzacioni proizvod postojan je spram kiselina i stvaraoca tvrdoće i vrlo je pogodan kao dobro sredstvo za nakvašavanje, za pranje i za dispergovanje.

Primer 33.

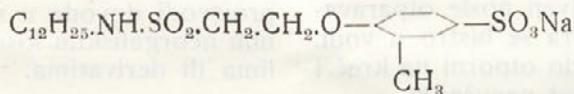


U jedan rastvor od 85 delova 20%-nog natrijevog metiltaurina u 200 delova vode, dodaje se pri 30° 40 delova bromida α -bromstearinske kiseline i istovremeno toliko 10%-ne natrijeve lužine, da reakciona mešavina ostane stalno alkalna. Posle tročasovnog mešanja dodaje se 30 delova etiletanolamina i mešavina se zagreva u toku od 12 časova na povratnom hladnjaku. Dobiveni rastvor zakiseli se zatim sa hlorovodoničnom kiselinom, pa se ekstrahuje sa butanolom. Iz butanolskog rastvora dobiva se slobodna kiselina pomoću otparavanja. Kiselina se rastvori u vodi, rastvor se neutrališe sa natrijevim hidroksi-

dom i otpari na valjkastom sušaču.

12 delova tako izradene natrijeve soli α -etiletanol-aminostearilmetyltaurina rastavlja se u jednoj zagrejanoj šolji sa suvišnim fosfornim pentahloridom. Posle završenog dejstva ispira se stvoreni sulfohlorid sa ledenom vodom i posle se ocedi. Zatim se suspenduje u 100 delova vode, koji sadrži 20 delova 20%-ne natrijeve soli metiltaurina i u suspenziju se pri 30° dodaje polagano 10%-na natrijeva lužina tako, da reakcija ostane stalno slabo alkalna. Proizvod pretstavlja jedno aktivno tekstilno pomoćno sredstvo, koje je postojano spram kiselina i stvaraoca tvrdoće.

Primer 34.

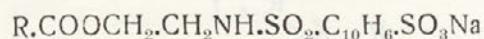


Iz natrijeve soli kreziletra izetionske kiseline $\langle\text{---}\rangle-\text{O.CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3\text{Na}$, izra-

di se pomoću reakcije sa fosfornim pentahloridom odgovarajući sulfohlorid. Rastvor od 30 delova tog sulfohlorida u 50 delova acetona pusti se da ukaplje pri $5-10^{\circ}$ u rastvor od 30 delova amina masne kiseline od palmove koštice u vodi i acetonu, pri čemu se pomoću polaganog ulivanja 10 n-natrijeve lužine vodi računa, da mešavina reaguje stalno alkalno. Posle završenja reakcije, rastvori se proizvod u etru i odstrani se još prisutni nepromjenjeni amin pomoću obrade sa razredenom sirćetnom kiselinom. Posle sušenja eternog rastvora i oddestilisanja etra, dobiva se 47 delova kondenzacionog proizvoda. U isti se postepeno doda ista težinska količina 22%-nog oleuma i mešavina sulfonisanja se još izvesno vreme zagreva na vodenom kupatilu. Zatim se mešavina sipa u razredenu natrijevu lužinu i prisutne nečistoće se odstrane pomoću obrade sa

etrom. Posle otparavanja neutralisanog rastvora dobiva se jedan proizvod, koji ima dobru sposobnost punoštanja i otpornost na kreć.

Primer 35.



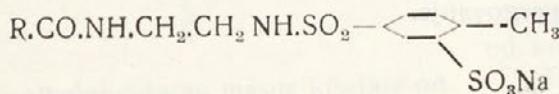
(R = ostatak kokosove masne kiseline, ili masne kiseline palmove koštice).

U 125 delova β -naftalinsulfonil-oksi-etiilamida, (koji se može dobiti pomoću zagrevanja β -naftalinsulfohlorida sa suvišnim etanolaminom) u rastvoru ksilola, doda se 100 delova otvrđnute masne kiseline palmove koštice uz dodatak od 20 delova hlorida kokosove masne kiseline.

Dobiveni ester oslobođi se potpuno u vakuumu od ksilola i sulfoniše se pri oko 30° sa 23%-nim oleumom. Proizvod sulfonisanja izoli se natrijevim hloridom uz dodatak propanola, propanolni rastvor se razredi sa vodom i ekstrahuje sa ligroinom. Pomoću otparavanja vodenog ras-

tvora, koji sadrži propanol, dobiva se jedan proizvod skoro čist od soli, koji se u vodi bistro rastvara.

Primer 36.



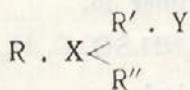
(R = ostatak masne kiseline kokosovog ulja).

50 delova monoamida od masne kiseline kokosovog ulja i etilendiamina, rastvori se u 150 delova acetona i razredi se sa nešto vode. Po dodatku od 30 delova 10 n-natrijeve lužine sipa se polako pri 5-10° jedan rastvor od 40 delova p-toluolsulfonflorida u acetonu. Reakcionala mešavina se u toku od 10 časova meša pri 15° i zatim se ekstrahuje sa etrom. Eterni rastvor se, u svrhu odstranjenja nepromenjenog ishodnog materijala, izmučka sa sirćetnom kiselinom i eter se po sušenju oddestiluje.

Dobiveni proizvod se stavlja na vodeno kupatilo i dodaje mu se 2/3 od njegove težine 23%-nog oleuma. Sulfonisanje se vrši uz jako razvijanje topote i završava se posle jednočasovnog zagrevanja na vodenom kupatilu. Mešavina se zatim sipa u vodu i neutrališe se sa natrijevom lužinom. Dobivena tamno obojena tečnost može se rasvetliti pomoću natrijevog hipohlorita. Proizvod dobiven posle otparavanja rastvora, rastvara se bistro u vodi. Njegovi rastvori su vrlo otporni na kreč i imaju veliku sposobnost penušanja.

Patentni zahtevi:

1) Postupak za izradu kapilarno-aktivnih sredstava opšte formule



kod koje R'' može da bude vodonik ili neki organski ostatak, a R i R' znače organske ostatke, X jednu kiselinsku amidnu grupu, i Y kiselinski ostatak jedne višebazinske neorganske kiseline, kod koje je najmanje jedan od ostataka R, R' i R'' visokomolekularan i najmanje jedanput supstituisan i ili prekinut pomoću jednog heteroatoma ili jedne grupe koja ga sadrži, ili za izradu soli tih proizvoda, naznačen time, što se organske kiseline ili njihovi derivati dovode u reakciju sa aminima supstituisanim i ili prekinutim pomoću heteroatoma ili grupe heteroatoma, ili što se pomoću heteroatoma ili heteroatomnih grupa supstituisane i ili prekinute organske kiseline ili

njihovi derivati, dovode u reakciju sa aminima, ili što se u amide karbonske kiseline uvode heteroatomi ili heteroatomne grupe ili što se dalji organski ostatci uvode pomoću heteroatoma ili heteroatomnih grupa, koje se u njima nalaze i što se, ukoliko proizvodi ne sadrže nijedan ili nedovoljan broj ostataka višebazinskih neorganskih kiselina, koji uslovjavaju rastvorljivost, proizvodi dovode u reakciju sa višebazinskim neorganskim kiselinama, njihovim solima ili derivatima.

2) Postupak za izradu kapilarnoaktivnih sredstava prema zahtevu 1, naznačen time, što se karbonske kiseline ili njihovi derivati dovode u reakciju sa aminima supstituisanim i ili prekinutim pomoću sumpornih i ili azotnih atoma i ili pomoću jedne ili više atomskih grupa koje sadrže azot ili sumpor, ili što se karbonske kiseline supstituisane i ili prekinute pomoću pomenutih heteroatoma ili heteroatomnih grupa, ili njihovi derivati dovode u reakciju sa aminima, ili što se u amidokarboniske kiseline uvode pomenuti heteroatomi ili heteroatomne grupe, ili što se uvode daljnji organski ostatci pomoću heteroatoma ili heteroatomnih grupa, koje se u njima nalaze i što se u koliko proizvodi ne sadrže nijedan ili nedovoljan broj kiselinskih ostataka višebazinskih neorganskih kiselina koji uslovjavaju rastvorljivost, proizvodi dovode u reakciju sa višebazinskim neorganskim kiselinama, njihovim solima ili derivatima.

3) Postupak za izradu kapilarnoaktivnih sredstava prema zahtevu 1, naznačen time, što se karbonske kiseline dovode u reakciju sa aminima, koji su jedan ili više puta supstituisani i ili prekinuti sa atomima kiseonika vezanim sa obe valencije na ugljenik i u datom slučaju pomoću daljih atoma kiseonika, ili što se karbonske kiseline supstituisane i ili prekinute pomoću kiseonika na navedeni način, dovode u reakciju sa aminima, ili što se u amide karbonskih kiselina uvode atomi kiseonika, ili što se jednostavno vezani na ugljenih atomi kiseonika prevode u atome kiseonika dvostruko vezane na ugljenik, ili što se ukoliko proizvodi nemaju ili imaju nedovoljan broj kiselinskih ostataka od višebazinskih neorganskih kiselina koji uslovjava rastvorljivost u vodi, a vezani su na ugljenik, azot, kiseonik ili sumpor, ti proizvodi dovode u reakciju sa višebazišnim neorganskim kiselinama.

4) Postupak za izradu kapilarnoaktivnih sredstava prema zahtevu 1, naznačen time, što se kiseline ili njihovi derivati, koje su najmanje jedanput supstituisane i ili pre-

kinute pomoću heteroatoma ili grupa heteroatoma, dovode u reakciju sa aminima, pri čemu se komponente reakcije tako biraју, da se u ostatku R' nalazi ostatak je-

dne višebazisne, na kiseonik vezane neorganske kiseline, ili ukoliko to nije slučaj, da se jedan takav uvede i da se proizvodi u datom slučaju neutrališu.
