

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (5).

Izdan 1 avgusta 1934.

## PATENTNI SPIS BR. 11101

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Švajcarska.

Postupak za izvođenje novih pomoćnih materija, koje se pre svega upotrebljuju u tekstilnoj industriji kao sretstvo za pranje, omekšavanje, vlaženje i t. d. i postupak za njihovu primenu.

Prijava od 13 aprila 1933.

Važi od 1 februara 1934.

Nadeno je da se može doći do novih produkata, ako se ciklični amidini, koji se, s jedne strane, izvode iz o-, odnosno 1,8-arilendiamina, i koji su, s druge strane, na  $\mu$ -ugljeničnom atomu zamenjeni sa izvesnim alifatičnim ili hidroaromatičnim ostatkom, koji se sastoji bar iz 3 ugljenična atoma, postupanjem sa sulfonišući dejstvom sredstvima ili iscrpnim alkiliranjem odnosno ariliranjem odnosno aralkiliranjem prevedu u rastvorljiva u vodi jedinjenja. Do takvih u vodi rastvorljivih jedinjenja se isto tako dolazi, ako se ciklični amidini, koji dolaze u pitanje, iscrpno alkilišu odnosno arilišu, odnosno aralkilišu i sulfonišu. Sulfonisanje može u datom slučaju biti preduzimano i po prethodnom delimičnom alkilisanju odnosno arilisanju odnosno aralkilisanju.

Tako dobiveni produkti obrazuju sa bazama ili kiselinama soli, koje imaju izvrsno peruće, egalizujuće, disperziono i vlažeće dejstvo. Oni mogu stoga da kao važna pomoćna sredstva dođu do upotrebe u tekstilnoj industriji kao i u svima drugim industrijskim granama, u kojima takva pomoćna sredstva bivaju upotrebljena. Izvestan broj produkata koji se mogu dobiti imaju još i druge osobine: na primer daju sa bojama nerastvorljive taloge, tako, da mogu biti korišćeni za osposobljavanje boje za postojanost u vodi. Najzad može izvestan broj novih produkata biti upo-

trebljen i za spravljanje sredstva za umekšavanje.

Među cikličnim amidinima, koji za ovaj postupak dolaze u obzir kao ishodne materije, mogu potpuno opšte biti pomenuti, eventualno u NH-grupi, alkilnim, aralkilnim ili arilnim ostatkom zamenjeni imidacoli, odnosno perimidini, koji bivaju dobivani iz o-fenilendiamina ili njegovih homologa ili analoga, kao što su na primer o-tuluilendiamin, hlorisani o-fenilendiamin, o-nitranilin, o-aminodifenilamin, o-aminomonometilailin, o-, odnosno 1,8-naftilendiamin, i iz alifatičnih kiselina, kao buterna kiselina, kapron kiselina, kapril kiselina, kaprin kiselina, laurin kiselina, arahin kiselina, cerotin kiselina itd., ili iz naftenskih kiselina ili još iz mešavina podesnih kiselina.

Za prevođenje u sulfonske kiseline su podesne hlorosulfon-kiseline, sumporna kiselina kao i sumporna kiselina koja sadrži anhidrid sumporne kiseline. Alkilisanje, aralkilisanje, arilisanje odnosno iscrpno alkilisanje, odnosno aralkilisanje vrši se podesno pomoću postupanja podesnim sredstvima za alkilisanje, aralkilisanje, ili arilisanje. Kao takvo mogu na primer biti pomenuti: benzilhlorid, hlormetilnaftalin i njihovi derivati, alkilhalogenidi, halogenalkilsulfonkiseline, hlorthidriini, epihlorthidriini, alkilsulfati, dihlornitrobenzol itd.

Do istih jedinjenja se dolazi takode, kad se sulfonkiseline od o-diamina ili, peri diamina, u kojima jedna od aminogrupa može biti zamenjena alkil-ostatkom, aralkil-ostatkom ili aril-ostatkom, tretiraju već pomenutim alifatičnim ili hidroaromatičnim sredstvima za acilisanje.

Izvođenje i upotreba novih tekstilnih pomoćnih materija mogu biti objašnjeni sledećim primerima.

Primer 1. U 50 delova hlorosulfonkiseline biva pri mešanju na + 10° postupno uneseno 25 delova  $\mu$  heptadesilbenzimidacola, i zatim mešavina biva mešana pri 20—25°, dok se jedna proba reakcione mase ne rastvori bistro u razblaženom soda-rastvoru, što traje 20—30 časova.

Reakciona masa biva zatim umešana u ledeno ohlađeni zasićeni rastvor kuhinjske soli, pri čemu se sulfonisani produkt izdvaja kao masa koja se stvrdnjava po kratkom vremenu, i koja biva izdvajana usisavanjem.

Dobiveni produkt biva suspendiran u vreloj vodi, i pomoću dodatka lužine natrijum hidroksida neutralisan, pri čemu biva dobiven bistar jako peneći rastvor, iz kojeg isparavanjem biva dobivena natrijumova so  $\mu$  heptadesil-benzimidacolsulfonkiselina.

Dobiveni produkt se lako rastvara u vreloj vodi, i obrazuje jako peneći rastvor, koji ima izvrsne peruće, kvaseće i dispresione osobine.

Do istog produkta se dolazi, kad se umesto sa hlorosulfon-kiselinom sulfoniše oleumom. Zagreva se na primer 178 delova  $\mu$  heptadesil-benzimidacola na 100—200° i pušta se da ova rastopina postupno dotiče ka 356 delova monohidrata sumporne kiseline pri 10—30°. Po tome se oprezno pri 5—10° dodaje 170 delova oleuma (24% SO<sub>3</sub>) i mešavina se meša pri 5—10°, dok jedna proba iste u vodenim alkalijama ne bude bistro rastvorljiva, posle čega se produkt izliva na led. Izvedena sulfonkiselina biva izdvojena filtriranjem, oprana i kao što je gore opisano dalje prerađena.

Dobiveni produkti mogu u datom slučaju biti beljeni pomoću oksidaconih sredstva, kao što su hipohloriti, vodonični superoksid, permanganati, itd.

Primer 2. U 75 delova hlorosulfonkiseline koja je ohlađena na 5—10° i koja biva mešana (mućena), unosi se postupno 25 delova  $\mu$  undesil-benzimidacola i mešavina se meša pri 20—25° tako dugo, dok se jedna izuzeta proba ne rastvori bistro u razblaženom soda-rastvoru. Zatim produkt biva prerađivan kao što je opisano u

primeru 1. Tako dobiveni  $\mu$  undesil-benzimidacolsulfonkiselini natrijum obrazuje sa mekom i trvdom vodom jako peneće rastvore, koji imaju izvrsne peruće osobine.

Primer 3. 30 delova mešavine od  $\mu$  naftenil-benzimidacola biva pri 10—20° postupno pomešano sa 90 delova hlorosulfonkiseline i mešavina biva mešana, dok jedna izuzeta proba ne bude bistro rastvorljiva u soda-rastvoru. Po preradivanju produkta kao što je opisano u primeru 1, dobija se mešavina soli  $\mu$  naftenil-benzimidacolsulfonkiseline kao u vodi lako rastvorljivi produkt, koji je izvrsno sredstvo za kvašenje i za pranje.

Primer 4. 100 delova  $\mu$ -heptadesenil-benzimidacola proizvedenog kondenzovanjem uljane kiseline sa o-fenilendiaminom biva rastvoreno u 300 delova monohidrata pri 10—20°. Zatim se hladi na 5°, dodaje kapljanjem pri 0—5° 150 delova 24% nog oleuma, dok se jedna proba potpuno ne rastvori u vodenim alkalijama. Po uobičajenom preradivanju, kao što je opisano u primeru 1, dobija se produkt, koji obrazuje peneće rastvore, koji imaju izrazite peruće i kvaseće osobine.

Do sličnih se jedinjenja dolazi pri upotrebi imidacolmešavina, koje su dobivene kondenzovanjem aromatičnih peri- ili o-diamina sa mešavinama masnih kiselina, kao što su masna kiselina iz ulja kokosove palme, masna kiselina iz palmovog ulja, tvrda masna kiselina, masna kiselina iz ulja od soje, masna kiselina iz ulja od semena od Arachis hypogaea, masna kiselina iz masti iz kostiju itd.

Primer 5. 1.84 delova o-aminodifenilamina biva sa 2.84 dela stearinske kiseline, uz izbegavanje pristupa vazduha, zajedno stopljeno, i rastopina biva za vreme od 20 časova zagrevana na 200°. Podesno se poslednji delovi obrazujuće se vode izgone sprovođenjem suvog ugljenoksida kroz reakcioni prostor. Dobivena rastopina, koja se sastoji iz  $\mu$ -heptadesil-N-benzimidacola, može direktno ili po prekrystalizovanju i oduzimanju boje produkta iz alkohola biti sulfonisana prema sledećem:

1 deo  $\mu$ -heptadesil-N-fenil-benzimidacola biva pri + 10° rastvoren u dva dela monohidrata sumporne kiseline uz dobro mešanje, i biva zatim puštano da pri +5° 1 deo oleuma (60—65%) lagano dotiče ka rastvoru, tako, da temperatura ne prelazi preko + 5°. Pošto je cela količina dotekla, vrši se mešanje pri navedenoj temperaturi, dok jedna proba sulfonisane mase ne bude bistro rastvorljiva u vodi.

Obrada dobivenog sulfonisanog produkta se vrši na poznat način. Dobija se

natrijumova so  $\mu$ -heptadesil-N-fenilbenzimidacola kao prah, koji je lako rastvorljiv u vodi, i koji daje jako peneće rastvor, koji imaju izvrsnu moć pranja.

Primer 6. 1,98 delova N-benzil-o-fenilendiamina biva uz izbegavanje pristupa vazduha stopljeno sa 2,84 dela stearinske kiseline, i rastopina biva za vreme od 20 časova zagrevana na 200°. Podesno se poslednji delovi obrazujuće se vode izgone pomoću sprovođenja suvog uvljen-dioksida kroz reakcioni prostor. Dobivena rastopina koja se sastoji iz  $\mu$ -heptadesil-N-benzimidacola, može direktno ili po podesnom čišćenju istih biti sulfonisana prema sledećem:

1 deo  $\mu$ -heptadesil-N-benzimidacola biva u stopljenom stanju postupno uz mešanje i hlađenje puštan da utiče u 1 deo monohidrata sumporne kiseline, tako, da temperatura mešavine ne pređe + 10°. Čim je sve doteklo i kad je postala homogena viskozna masa, ista se ohlađuje na 0°, i sada se pušta da jedan deo oleuma (60—65%) lagano dotiče, tako, da temperatura ne prelazi preko + 5°. Pošto je sve doteklo, mešavina se meša još tako dugo pri navedenoj temperaturi dalje, dok se jedna proba ne rastvori bistro u vodi, što približno traje 1 do 2 časa.

Sulfonisana masa biva izlivena na led, biva neutralizovana lužinom natrijum hidroksida i isparena. Dobija se sulfonisani  $\mu$ -heptadesil-N-benzil-benzimidacol kao prašak koji se lako rastvara u vodi, i čiji rastvori imaju izvrsne peruće osobine.

Primer 7. 20 delova  $\mu$ -heptadesil-1, 2-naftimidacola (izvedenog kondenzovanjem 1,2 naftilendiamina sa stearinskom kiselinom) bivaju umešani u 100 delova monohidrata sumporne kiseline, posle čega tako dobiveni rastvor biva zagrevan za vreme od 16 časova na vodenom kupatilu. Dobivena, jedva obojena sulfonisana mešavina biva umešana u 200 delova leda, i izlučena sulfon-kiselina biva filtrirana na poreznom porcelanu. Poslednja biva radi daljeg čišćenja prana zasićenim rastvorom kuhinjske soli.

Rastvor neutralisane kiseline pokazuje jako peneće osobine i ima izvrsna peruća i dispergujuća dejstva.

Primer 8. 11,9 delova 1,8-naftilendiamin-4-sulfonkiseline biva pomešano sa približno 50 delova hlorida stearinske kiseline pri 120—150°, dok ne bude popustilo razvijanje sone kiseline. Po tome biva mešavina ohlađena, radi uklanjanja suvišnog hlorida stearinske kiseline i postale stearinske kiseline, biva pomešana sa približno 400 delova benzola, kratko vre-

me biva digerirana, filtrirana i prana benzolom. Zaostali, slabo zelenkasto-žuto obojeni kondenzacioni produkt je u vodenim alkalijama rastvorljiv i ima slične osobine kao produkt iz primera 10.

Primer 9. 20 delova  $\mu$ -heptadesil-perimidina (izvedenog zagrevanjem 1,8-naftilendiamina sa stearinskom kiselinom) bivaju postupno pri sobnoj temperaturi umešani u 100 delova monohidrata sumporne kiseline. Pošto se derivat perimidina potpuno rastvorio, biva mešavina zagrejana na vodenom kupatilu, dok jedna proba reakcione mase ne bude bistro rastvorljiva u vodi.

Sulfonisana mešavina biva zatim umešana u 200 delova leda, pri čemu se sulfonisani produkt izlučuje kao amorfna delimično nabubrela masa, koja može biti usisavanjem uklonjena. Radi daljeg čišćenja može poslednja biti pomešana i prana sa zasićenim rastvorom natrijum hlorida.

Tako dobiveni sulfonisani  $\mu$ -heptadesil-perimidin biva zatim suspendiran u vreloj vodi, i mešavina biva neutralizovana lužinom sode iz natrijumhidroksida, i rastvor biva isparen do suvosti. Rezultuje natrijumova so sulfonisanog  $\mu$ -heptadesil-perimidina kao slabo zeleno-žuto obojeni prah, koji se rastvara u vodi uz obrazovanje jako penećih rastvora. Rastvori imaju za sirovu vunu izvrsne peruće osobine.

Primer 10. U 50 delova hloro-sulfonkiseline, koja ima temperaturu od 5°, biva postupno umešano 25 delova sitno pulverizovanog  $\mu$ -heptadesil-perimidina i mešavina biva mešana pri ovoj temperaturi, dok sve ne bude rastvoreno. Zatim se povećava temperatura reakcione mešavine na 25 do 30° i meša se dalje tri časa pri ovoj temperaturi. Zatim se mešajući unosi sulfonisana masa u 200 delova leda, pri čemu se sulfonisani produkt izdvaja kao zrnasta masa, koja kao što je opisano u primeru 9, biva dalje prerađena.

Primer 11. U 50 delova hlorosulfonkiseline, koja je ohlađena na 5°, biva postupno uz izbegavanje povećanja temperature umešano 20 delova  $\mu$ -undesil-perimidina (spravljenog zagrevanjem 1,8-naftilendiamina i laurin-kiseline), posle čega produkt biva sulfonisan pod istim uslovima, kao što je opisano u primeru 10.

Rezultuje natrijumova so sulfonisanog perimidina kao zelenkasto-žuto obojeni prah, koji se u vodi lako rastvara i koji ima izvrsne osobine kvašenja i pranja.

Primer 12. 1,08 delova o-fenilendiamina i 2,84 delova stearinske kiseline bivaju

podesno uz izbegavanje pristupa vazduha međusobno stopljeni i rastopina biva zagrevana za vreme od 20 časova na 200°. Radi potpunog uklanjanja poslednjih delova vlage biva na završetku duvana suva struja ugljendioksida ili azota kroz reakcioni prostor koji se nalazi iznad rastopine. Zatim se rastopina pušta da se ohladi do na 100° i tada se pri dobrom mešanju dodaje 1,14 delova benzilhlorida i 0,82 delova natrijum-acetata (bez vode) i zgreva se mešavina pri stalnom mešanju za vreme od tri časa na 110—120°, i zatim se temperatura iste povećava do na 200°, da bi se izgonila obrazovana sirćetna kiselina i drugi sporedni produkti. Podesno se u reakcionom sudu obrazuje vakuum radi olakšanja destilisanja isparljivih produkata.

Umesto natrijum-acetata mogu biti upotrebljena i druga sredstva koja vezuju kiseline, kao što su bezvodni natrijum-karbonat, kalcijum-karbonat i t. sl.

Pošto su svi isparljivi sastojci pri 200° izdestilisani iz rastopine, pušta se ista da se bez mešanja ohladi, pri čemu se obrazovani natrijum-hlorid taloži na dnu suda i  $\mu$  heptadesil-N-benzil-benzimidacol može pri temperaturi od 50° biti lako odličen kao mrko obojeno ulje i eventualno da mu se pomoću podesnih sredstava oduzme boja.

I deo, kao što je gore opisano, spravljenog  $\mu$ -heptadesil-N-benzil-benzimidacola biva zagrejan na 30—40°, pri čemu se utečnjava u viskozno ulje; ovo ulje se pri dobrom mešanju i hlađenju polako pušta da utiče u I deo monohidrata sumporne kiseline, tako, da temperatura mešavine ne prelazi + 10°. Čim je cela količina dotekla, biva viskozna mešavina ohlađena na 0 do + 5°, posle čega se I deo oleuma (65—65% SO<sub>2</sub>) pušta lagano da dotiče, tako, da ne bude prekoračena temperatura od + 5°. Pošto je sav oleum dotekao, mešavina za sulfonisanje se meša dalje pri temperaturi + 5, dok se jedna proba produkata ne rastvori bistro u vodi. Masa koja se sulfoniše biva kao obično prerađena; na primer može se ista izliti na led, neutralisati pomoću lužine natrijum-hidroksida i ispariti. Tada se dobija natrijumova so sulfonisanog  $\mu$ -heptadesil-N-benzil-benzimidacola mešana sa natrijum sulfatom kao prah koji je lako rastvorljiv u vodi, i čiji rastvori jako pene i imaju izvrsne peruće osobine.

Umesto u ovom primeru navedenog benzilhlorida mogu biti upotrebljena i druga masna aromatična, alifatična ili aromatična halogena jedinjenja, čiji se

hlogen može lako zameniti, kao što su derivati benzilhlorida, hlormetilnaftalin i njegovi derivati nitrirani hlorni benzoli, alihlorid, halogenalkilsulfonkiseline i t. sl.

Dobiveni produkti mogu u datom slučaju biti beljeni pomoću oksidacionih sredstava, kao što su hipohloriti, vodonični superoksid, permanganati itd.

Primer 13.100 delova prema primeru 12 izvedenog  $\mu$ -heptadesil-N-benzil-benzimidacola biva stopljeno pri temperaturi od 100—120° i biva pušteno da lagano uz mešanje dotiče ka 100 delova monohidrata pri temperaturi od 10—30°. Po tome biva pomešan sa 50 delova tetrahloretana, kratko vreme mešan, a zatim ohlađen na 0—5°, i pri ovoj temperaturi biva sulfonisan sa 100 delova 50—65%<sub>v</sub>-nog oleuma. Po preradi mase sulfonskiseline kao što je bilo opisano u primeru 12, biva dobiven jasno obojen u vidu praha sulfonat, koji se kako u alkalnim tako i u kiselim vodenim medijama rastvara uz obrazovanje jako penećih rastvora.

Umesto tetrahloretana kao sredstva za razblaživanje pri sulfonisanju, mogu biti upotrebljena i druga podesna sredstva za razblaživanje, kao na primer trihloretilen. Takode se može  $\mu$ -heptadesil-N-benzil-benzimidacol najpre rastvoriti u tetrahloretanu, a po tome da se sulfoniše po poznatim metodama.

Dobiveni produkti se daju u datom slučaju beliti pomoću oksidacionih sredstava.

Primer 14. Izvodi se, kao što je u primeru 12 opisano, iz 100 delova tehničke mešavine stearinske palmitin kiseline i 41 dela *o*-fenilendiamina, mešavina pentadesil-benzimidacola i heptadesil-benzimidacola, koja se ostavlja da se ohladi na 140—120°, posle čega se postupno dodaje 46 delova benzilhlorida.

Po mešanju za vreme od šest časova pri temperaturi od 140—150° biva temperatura mešavine povećana na 170° i biva mešana za daljih šest časova. Tako dobivena reakciona mešavina benzilisanih imidacolorhidrata biva sulfonisana na isti način kao što je opisano u primeru 13, pri čemu isto tako rezultuje produkt sa izvrsnim osobinama u pogledu pranja. Temperatura pri benzilisanju može biti menjana u veoma širokim granicama.

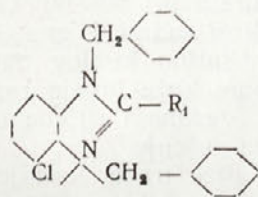
Primer 15. 100 delova  $\mu$ -heptadesil-benzimidacola biva mešano pri 140—145°. Zatim biva kapljanjem dodato 36 delova benzilhlorida, i biva još približno deset časova održavana ova temperatura. Po hlađenju na približno 100° pušta se 100 delova dobivenog produkta benzilisanja da polako utiču u 300 delova monohidrata

sumporne kiseline pri temperaturi 10—20°. Po tome mešavina biva ohlađena na 5°, posle čega pri temperaturi 0—5° biva postupno dodato 150 delova 60—65%-nog oleuma. Sulfonisana mešavina biva mešana pri ovoj temperaturi, dok se jedna proba iste potpuno bistro ne rastvori u vodi. Produktat biva zatim preraden, kao što je opisano u primeru 12. Rezultuje jasno obojen, u vidu praha, sulfonat, koji se u vodi rastvara uz obrazovanje penećih rastvora.

Do sličnih jedinjenja se dospeva pri upotrebi benzilisanih imidacola, spravljanih iz aromatičnih o-diamina i masnih kiselina iz ulja iz kokosve palme, ulja iz palme i drugih mešavina masnih kiselina.

Primer 16. 241 delova po primeru 14 dobivene mešavine benzilisanih benzimidacolorhidrata biva stopljeno pri temperaturi 120—125°. Po tome se uz mešanje postupno dodaje u rastopinu 60 delova sitno pulverisane sode i, pošto je popustilo razvijanje ugljene kiseline, 70 delova benzilhlorida. Mešavina biva tada mešana za vreme od 6—10 časova pri 125° i biva ostavljena da se ohladi.

Radi prečišćavanja dobivenog produkta biva sirovi produktat radi uklanjanja sode i ostalih anorganskih sastojaka filtriran u stopljenom stanju, a otvrdli filtrat biva ekstrahovan radi uklanjanja eventualno još nalazećih se ishodnih materijalija sa organskim sredstvima za rastvaranje, kao na primer benzolom. Na ovaj način se dobijaju kvaternerne amonijum soli benzilisanih benzimidacola formule



u kojoj umesto R<sub>1</sub> treba da se stave heptadesil- i pentadesil- ostatci, kao bezbojni kristalisani prah, koji je rastvorljiv u vreloj vodi uz obrazovanje jako penećih rastvora.

Ako se umesto benzilhlorida upotrebe ekvimolekularne količine 2,4-dihlor-1-nitrobenzola, to se dobija sličan produktat. Isto tako uspeva takode da se uticajem dimetilsulfata u prisustvu natrijumkarbonata  $\mu$ -heptadesil-benzimidacol prevedu u kvaternernu metilisanu amonijumovu so, koja je rastvorljiva u vodi uz obrazovanje penećih rastvora, i koja ima osobinu, da taloži rastvoren boje. U ovom primeru po-

menuti produkti mogu biti upotrebljeni za bojadisanja, nepopustljiva u vodi, direktnim bojama na prirodnoj ili regenerisanoj celulozi.

Primer 17. 20 delova prema primeru 16 dobivenog produkta biva pri 0—5° pomešano sa 20 delova monohidrata sumporne kiseline. Ovoj mešavini biva zatim dodato 20 delova oleuma (60—65% SO<sub>3</sub>) uz brižljivo hlađenje, posle čega se još dalje vrši mešanje za vreme od jednog časa pri 0°. Čim se jedna proba rastvorena u vodi više ne muti, izliva se reakciona mešavina na led, neutrališe se lužinom natriumhidroksida i rastvor se isparava do suvosti. Na ovaj način se dobija isto tako produktat, koji ima izvrsne osobine u pogledu pranja.

Primer 18. 40 delova prema primeru 14 dobivene mešavine benzilisanih benzimidacolorhidrata biva dotle mešano sa 200 delova 10-nog rastvora sode pri približno 50°, dok se ne izdvoji masa kao mrko obojeno ulje. Ova biva odvojena od vodenog sloja, biva prana vodom do iščezavanja alkalne reakcije, i biva sušena u vakuumu pri 40—90°. 25 delova tako dobivenog produkta biva pri 0—5° uneseno u 50 delova oleuma (24% SO<sub>3</sub>) i mešano pri 0°, dok jedna proba ne bude potpuno rastvorljiva u vodi. Po tome reakcioni produktat biva preraden kao što je opisano u primeru 12.

Primer 19. 66,8 delova  $\mu$ -heptadesnil-benzimidacola biva sa 27,2 delova benzilhlorida mešano šest časova pri temperaturi 160—165°. Po tome biva dodato, pri ostaloj istoj temperaturi, 20,6 delova kalcinirane sode i 100 delova trihlorbenzola i biva mešano za vreme od pola časa. Zatim se još jednom dodaje 27,2 delova benzilhlorida i po dvočasovnom mešanju se hladi, filtrira, pere ostatak benzolom, suši isti i dalje se postupa kao što je opisano u primeru 16.

Na sličan način se postupa pri upotrebi  $\mu$ -undesil-, propil- itd.- benzimidacola, ili njihovih mešavina umesto  $\mu$ -heptadesnil-benzimidacola.

Tako dobivena tela obrazuju rastresite prahove koji su rastvorljivi u vodi uz obrazovanje penećih rastvora. Ona imaju osobinu da povećavaju dejstvo vlaženja, i poboljšavaju sposobnost direktnih boja da se ne razilaze u vodi.

Primer 20. 35,6 delova  $\mu$ -heptadesnil-benzimidacola biva za vreme od šest časova mešano sa 9,3 delova epihlorhidrina i 100 delova hlorbenzola, pri temperaturi od 120—130°. Po tome biva dodato 10,6 delova natrijum karbonata i zatim još

jednom 9,3 delova epihlorhidrina. Po dvočasovnom mešanju reakciona mešavina se hladi, filtrira se sona mešavina i radi čišćenja se dalje postupa kao što je opisano u primeru 16.

Primer 21. Sirova vuna se pere pri temperaturi od 45° u kupatilu koje na litar sadrži 1 gr.  $\mu$ -undesilbenzimidacolsulfonkiselog natrijuma. Oprana vuna je bela. Kod tvrde vode efekat pranja nije poništen.

Do istog efekta se dolazi, kad se umesto imidacol-derivata upotrebi 1 gram natrijumove soli sulfonisanog  $\mu$ -heptadesilperimidina.

Primer 22. Vunena roba se pere u običnoj tvrdoj vodi, pri 50° sa kupatilom koje sadrži 1,5 gr.  $\mu$ -undesilbenzimidacolsulfonkiselog natrijuma. Komadi robe mogu po tome biti bojadisani, a da ne nastaju izlučivanja.

Primer 23. Vunena roba se pere u običnoj tvrdoj vodi pri temperaturi od 50° sa kupatilom, koje po litru sadrži 1,5 gr. N-benzil- $\mu$ -undesilbenzimidacolsulfon kiselog natrijuma (dobivenog sulfoniranjem produkta uticanjem benzilhlorida na  $\mu$ -undesilbenzimidacol). Komadi robe mogu po tome biti bojadisani, a da ne nastupe izlučivanja.

Primer 24. Kupatilo koje se sastoji iz 20° DH-tvrde vode i 2,5 gr. sapuna po litru, bilo je kuvano za vreme od jednog časa. Kupatilo ne peni i biva izdvajan lji-gavi krečni sapun. Pri dodatku od 0,5 gr. po litru  $\mu$ -heptadesilbenzimidacolsulfonkiselog natrijuma kupatilo peni jako i ne biva izdvajan nikakav krečni sapun.

Primer 25. Pomeša se 100 delova najboljeg sapuna, pretvorenog zagrevanjem u tečno stanje, sa 3—10 delova natrijumsulfonata, koji je dobiven pomoću sulfonisanja imidacol-mešavine, koja sama biva dobivana kondenzovanjem o-fenilendiamina sa tehničkom mešavinom stearinske i palmitin kiseline. Ako se ovaj sapun upotrebi za pranje, na primer po dodatcima navedenih primera u tvrdoj vodi, to prisustvo sulfonata imidacola prouzrokuje znatno smanjenje izdvajanja krečnog sapuna.

Primer 26.  $\mu$ -undesilbenzimidacolsulfonkiselu natrijum ima u vodenom rastvoru jaku snagu vlaženja. Tako je već koncentrisanost od 1 gr. po litru pomenutog produkta, dovoljna da se pamuk u kratkom vremenu pokvasi hladnim kupatilom. Vunena pređa koja se kao što je poznato, veoma teško kvasi, veoma se brzo potapa u ovo kupatilo.

Primer 27. Pamučna roba biva podvrgnuta mercerizovanju u kupatilu, koje po litru lužine natrijum hidroksida od 0° Bé sadrži 4 gr. natrijumove soli  $\mu$ -undesilbenzimidacolsulfonkiseline i 0,4 gr. metilcikloheksanola. Sirova roba biva usled ovog dodatka znatno brže nakvašena lužinom natrijumhidroksida, no bez ovog dodatka.

Primer 28. Pamučna roba po slaganju u kupatilu za kuvanje, koje sadrži po litru 10 gr. natrijumhidroksida i 1 gr.  $\mu$ -heptadesil-benzimidacolsulfon kiselog natrijuma, kao obično biva lužena za vreme od pet časova pri 2½ atmosfere pritiska. Semene ljuske luženog pamuka su dobro prokuvane, pektin je dalekosežno uklonjen.

Primer 29. Sirova pamučna pređa biva tretirana alkalnim rastvorom, koji po litru sadrži 10 gr. anilida 2,3-oksinaftoe kiseline i 1 gr.  $\mu$ -heptadesilbenzimidacolsulfonkiselog natrijuma, za vreme od pola časa, i kao obično biva razvijena diazotisanim hloraminodofenileterom. Proizvedena šarlah-crvena niansa boje se odlikuje punoćom, jednolikošću i dobrom otpornošću na otiranje.

Primer 30. Rastvara se 1 gr.  $\mu$ -heptadesilbenzimidacolsulfon kiselog natrijuma u 500 cm<sup>3</sup> vode, i na površinu rastvora se stavlja pet gr. vunene prede. Po kratkom vremenu je vunena pređa usled potpunog kvašenja potonula na dno šuda. U običnoj vodi kvašenje traje više časova.

Primer 31. Kože bivaju na običan način činjene, neutralisane i za vreme od 30 minuta u buretu pri 50—60° C postupane rastvorom koji sadrži 1 gr.  $\mu$ -heptadesilbenzimidacolsulfon kiselog natrijuma po litru. Po tome kože bivaju razapete radi ocedivanja, istežane i sušene u poznatim uređajima za sušenje.

Ako ove kože treba kasnije da budu bojadisane, to one bivaju gnječene u vodi od 40—50° C.

Primer 32. 100 delova vune biva bojadisano sa 4% neolanviolet 5R, 5% sumporne kiseline i 0,02% heptadesil-N.N-dibenzil-benzimidacolumhlorida, pri čemu se počinje pri 60°, za 20 minuta se doteruje do kuvanja i za vreme ¾ časa se dalje kuva.

Na ovaj način bojadisana vuna je znatno dublje i ujednačenije obojena no pomoću same sumporne kiseline.

Primer 33. 100 delova pamučne prede biva bojadisano sa 2,5% direktnog zelenkastog nebesnog plavetnila (Schultz J VII/510), 30% kristalizovane Glauberove soli i 2% sode u 20-trukom kupatilu, za

vreme od jednog časa blizu temperature klučanja. Po tome biva izvedeno ispiranje i 20 minuta biva naknadno postupano u hladnom kupatilu, koje sadrži 1 gr. po litru kupatila heptadesil-N-N-dibenzil-benzimidacolumhlorida. Jedna vodena proba daje, da je bojadisanje prede na ovaj način naknadno postupane, znatno nepopustljivije u vodi, no preda koja nije naknadno postupana.

#### Patentni zahtevi:

1. Postupak za spravljanje pomoćnih materija za industrije koje upotrebljuju sredstva za pranje, za emulgisanje, za omekšavanje, za stvaranje postojanim u vodi, za kvašenje, za dispergiranje itd. naznačen time, što  $\mu$ -substituisani ciklični amidini koji se, s jedne strane, izvode iz

odiamina, onosno peri-diamina benzolnog ili naftalinskog reda i, s druge strane, na  $\mu$ -ugljeničnom atomu su substituisani alifatičnim ili hidroaromatičnim ostatkom sa bar tri ugljenična atoma, u datom slučaju po prethodnom delimičnom alkalisanju, odnosno aralkilisanju ili arilisanju, bivaju prevedeni u M vodi rastvorljiva jedinjenja pomoću iscrpnog alkilisanja, odnosno aralkilisanja odnosno arilisanja ili sulfonisanja, ili kombinacijom obeju ovih mera.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što sulfon-kiseline bivaju tretirane o-diaminima ili peri-diaminima benzolnog ili naftalinskog reda, u kojem jedna od amino-grupa, može biti zamenjena alkil-grupom, aralkil-grupom sa alifatičnim ili hidroaromatičnim sredstvima za acidilisanje, koja sadrže bar četiri ugljenična atoma.

---

