

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 87062

**Patent dodatkowy
do patentu _____**

Zgłoszono: 09.01.74 (P. 167995)

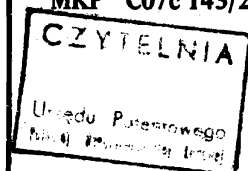
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.12.74

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1979

Int. Cl.² . C07C143/26

MKP C07c 143/26



Twórcy wynalazku: Mirosław Bądryński, Ryszard Bardyga, Marek Domoradzki,
Wojciech Korpál, Edward Sobczak, Eugeniusz Góralczyk
Jerzy Ossowski, Zbigniew Błoński, Kazimierz Grządkowski

Uprawniony z patentu: Akademia Techniczno-Rolnicza im. J.J. Śniadeckich
Bydgoszcz (Polska)

Sposób wytwarzania kwasu benzenosulfonowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kwasu benzenosulfonowego na drodze bezpośredniej reakcji pomiędzy gazowym trójtlenkiem siarki i benzenem z inhibitowaniem powstawania dwufenylosulfonu przez użycie nadmiaru benzenu i zastosowanie dodatku soli sodowej i/lub kwasu alifatycznego.

Stan techniki. Proces otrzymywania kwasu benzenosulfonowego prowadzi się dotychczas w ten sposób, że do stężonego kwasu siarkowego dozuje się pary benzenu. Mieszaninę par benzenu i wody odprowadza się z reaktora i po jej skropleniu oddziela wodę, a benzen ponownie odparowuje się i zwraca do procesu. Zasadniczą wadą tego procesu jest jego periodyczność, duże zużycie ciepła i bardzo długi czas reakcji.

Znane są również metody sulfonowania węglowodorów aromatycznych za pomocą oleum, opisane w opisach patentowych RFN nr 1063151 i 2028596, z użyciem znacznych ilości soli sodowych, które przeciwdziałają tworzeniu się smół, będących produktami polimeryzacji produktu. W tym samym celu stosowany jest również dodatek kwasu octowego podczas sulfonowania nitrobenzenu za pomocą rozcieńczonego gazowego SO₃, zgodnie z opisem patentowym RFN nr 1955371.

W celu zmniejszenia powstawania dwufenylosulfonu stosuje się rozcieńczanie środowiska reakcji za pomocą ciekłego dwutlenku siarki, opisane w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2007327 lub rozcieńczenie trójtlenku siarki za pomocą gazu inertnego, opisane w opisach patentowych PRL nr 56420 i 63573. Zasadniczą wadą rozcieńczania środowiska reakcji lub gazowego SO₃ inertami jest konieczność oddzielania rozcieńczalników i straty reagentów.

W literaturze opisano również szereg inhibitorów zmniejszających ilość powstającego dwufenylosulfonu, takich jak bentonit, opisany w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2889360 i pirydyna zastosowana w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2889361.

Wadą wszystkich znanych sposobów sulfonowania jest stosowanie nadmiaru czynnika sulfonującego, prowadzące do jego znacznych strat oraz strat produktu sulfonowania na skutek tworzenia się smół, pochodnych wielosulfonowych oraz dwufenylosulfonu.

Celem wynalazku jest usunięcie wad i niedogodności znanych metod przez opracowanie nowego sposobu wytwarzania kwasu benzenosulfonowego z użyciem niestosowanego dotychczas nierozcieńczonego gazowego SO₃.

oraz przy odwróceniu proporcji stechiometrycznych reagentów. Takie prowadzenie procesu umożliwia znaczne zmniejszone ilości stosowanych środków dla pełniejszego zahamowania powstawania produktów ubocznych.

Istota wynalazku polega na tym, że proces sulfonowania benzenu prowadzi się gazowym trójtlenkiem siarki przy nadmiarze benzenu (a nie środka sulfonującego), tj. przy stosunku molowym benzenu do trójtlenku siarki równym 1,2 do 5 i jednocześnie do środowiska reakcji wprowadza się dodatek soli sodowych do 3% wagowych i/lub alifatycznych kwasów karboksylowych do 3% wagowych w stosunku do masy otrzymywanego kwasu benzenosulfonowego.

Zaletą techniczną sposobu według wynalazku jest to, że wprowadzony trójtlenek siarki przereagowany jest całkowicie i jednocześnie uzyskuje się wysoką wydajność kwasu benzenosulfonowego. Sposób ten umożliwia prowadzenie produkcji metodą ciągłą oraz intensyfikację produkcji kwasu benzenosulfonowego ze względu na bardzo krótki czas reakcji i jednocześnie eliminuje wady procesu sulfonowania z zastosowaniem innych środków sulfonujących.

Przykład I. Do reaktora o pojemności 1 dm³ dozuje się równocześnie w sposób ciągły benzen z szybkością 4,8 kg/godz. oraz trójtlenek siarki z szybkością 4 kg/godz. Równocześnie dozuje się 5 g/godz. kwasu octowego i 5 g/godz. siarczanu sodowego. Reakcję prowadzi się w temperaturze 40°C przy intensywnym mieszaniu i chłodzeniu. Po oddestylowaniu nadmiaru benzenu otrzymuje się masę reakcyjną, zawierającą 88% kwasu benzenosulfonowego.

Przykład II. Do reaktora o pojemności 1 dm³ dozuje się 20 kg/godz. benzenu i 4 kg trójtlenku siarki oraz 240 g/godz. siarczynu sodowego. Temperaturę reakcji utrzymuje się na poziomie 60°C z jednoczesnym intensywnym mieszaniem i chłodzeniem. Po oddestylowaniu nadmiaru benzenu otrzymuje się masę reakcyjną, zawierającą 90% kwasu benzenosulfonowego.

Przykład III. Do reaktora o pojemności 1 dm³ dozuje się 10 kg/godz. benzenu, 4 kg/godz trójtlenku siarki oraz 240 g/godz. kwasu octowego. Temperaturę reakcji utrzymuje się na poziomie 55°C z jednoczesnym intensywnym mieszaniem i chłodzeniem. Po oddestylowaniu nadmiaru benzenu otrzymuje się masę reakcyjną, zawierającą 90,5% kwasu benzenosulfonowego.

Przykład IV. Do reaktora o pojemności 1 dm³ dozuje się w sposób ciągły równocześnie 8 kg/godz. benzenu, 4 kg/godz. trójtlenku siarki oraz 80 g/godz. benzenosulfonianu sodowego. Reakcję prowadzi się w temperaturze 50°C z jednoczesnym intensywnym mieszaniem. Po oddestylowaniu nadmiaru benzenu otrzymuje się masę reakcyjną, zawierającą 92% kwasu benzenosulfonowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu benzenosulfonowego przez sulfonowanie benzenu, z n a m i e n n y t y m, że reakcję sulfonowania prowadzi się za pomocą gazowego trójtlenku siarki, przy nadmiarze benzenu od 0,2 do 4 mola na mol SO₃, w obecności do 3% wagowych soli sodowych i/lub do 3% wagowych alifatycznych kwasów karboksylowych w stosunku do masy otrzymywanego kwasu benzenosulfonowego.