

28 grudnia 1928 r.

URZĄD PATENTOWY



2
C07C 139/14

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 9307.

Kl. 12 o 23.

Grigori Petroff
(Moskwa, Z. S. S. R.).

Sposób oddzielania i oczyszczania wysokocząsteczkowych kwasów sulfonowych.

Zgłoszono 21 lutego 1927 r.
Udzielono 3 września 1928 r.

Wiadomo, że wysokocząsteczkowe kwasy sulfonowe, jak np. kwas orto-hydro-antraceno-sulfonowy, który otrzymuje się przez sulfonowanie uwodornionego antracenu, jak również przez sulfonowanie węglowodorów naftowych otrzymywane kwasy sulfonowe, sulfoaromatyczne kwasy tłuszczowe (jak np. kwas naftaleno-sulfo-stearynowy, odczynnik Twitschell'a „Pfeil - Ring”), dalej otrzymywane przez sulfonowanie węglowodorów szeregu terpenowego, jak np. terpentyna, kwasy sulfonowe (sulfokwasy cymolowe), lub z terpentyny i kwasu oleinowego (rozszczipiacz tymolowy) otrzymywane kwasy sulfonowe zawierają cały szereg zbytecznych domieszek, powstających przy ich fabrykacji, jak np. wolne oleje, węglowodory, wolny kwas siarkowy, inne poszczególne kwasy, substancje o charakterze żywic, związki

sulfonowe i podobne ciała. Prócz tego tworzą np. przez sulfonowanie destylatów naftowych powstałe kwasy sulfonowe mieszaninę kwasów wysokocząsteczkowych z kwasami o niskim ciężarze cząsteczkowym.

Takie kwasy sulfonowe można uwolnić od domieszek jak np. olejów, węglowodorów, substancyj żywicznych i wolnego kwasu siarkowego przez rozpuszczenie w wodzie, względnie w alkoholu lub rozwodnionym alkoholu. To postępowanie nie spełnia jednak w zupełności swojego zadania, jak również nie spełnia swego zadania metoda wydzielania kwasów przez ich bezpośrednią przemianę w sole przy pomocy zasad.

Wynalazca stwierdził zapomocą doświadczeń, że technicznie wartościowe wyniki osiągnąć się dają przez poniżej podane postępowanie:

Kwasy sulfonowe rozpuszczone w wodzie lub rozcieńczonym alkoholu miesza się z hydrocelulozą, mączką drzewną, dobrze zmielonemi opiłkami drzewnymi lub innemi porowatemi rodzajami drzewnika, przyczem należy wprzód uwolnić drzewnik od zanieczyszczeń, spowodowanych obecnością ewentualnie znajdujących się w nim soli i ciał żywicznych.

Po wymieszaniu wysusza się otrzymaną masę do stałej wagi w temperaturze 50°—60°C, zaś suche opiłki drzewne ekstrahuje się kolejno benzyną, benzenem i alkoholem. Benzyna ekstrahuje oleje mineralne, część żywicznych sybstaneyj i sulfony. Benzen i alkohol wydziela już kwasy sulfonowe, podczas gdy kwas siarkowy zostaje pochłonięty przez drzewnik.

Po oddestylowaniu benzenu i alkoholu otrzymuje się kwasy sulfonowe. Z roztworu benzynowego wydzielają się kwasy sulfonowe przez wyługowanie przy pomocy zasad lub rozpuszczalników takich, jak woda, alkohol stężony, lub alkohol rozwodniony, poczem benzyna się oddestylowuje.

Przykład I. 40 części surowych kwasów sulfonowych, otrzymywanych z tworzącego się, jako produkt uboczny przy siarkowaniu, destylatu oleju wrzecionowego, kwaśnego gudronu w postaci soli glinowych, następnie przez kwas siarkowy rozłożonych, miesza się dokładnie z 60 częściami mączki drzewnej. Tę mieszaninę suszy się przy 50°—60°C i następnie ekstrahuje benzyną przez 10 godzin. Po oddestylowaniu benzyny otrzymuje się 40% czarnego, w wodzie nierozpuszczalnego żywicznego produktu.

Po ekstrakcji benzynowej ekstrahuje się mączkę drzewną w ciągu następnych 8 godzin benzenem, po oddestylowaniu którego otrzymuje się 8,2 części rozpuszczalnych w wodzie kwasów sulfonowych.

Po dalszej 10-godzinnej ekstrakcji alkoholem, otrzymuje się jeszcze 30% kwasów sulfonowych. Mączka drzewna zostaje

ciemno zabarwioną i wchłania większą część kwasu siarkowego.

Przykład II. 8 części kwasu sulfonowego, znanego pod nazwą „rozsześciacz idrapidowy” (kwas okto-hydro-antraceno-sulfonowy) i 35 części hydrocelulozy, otrzymanej przez działanie kwasu naftosulfonowego na techniczną celulozę, miesza się dokładnie i suszy. Po ekstrakcji benzynowej i oddestylowaniu benzyny otrzymuje się 40,4 części substancyj stałych (kwasy sulfonowe z żywicznymi substancjami i węglowodorami obojętnymi) po ekstrakcji benzenowej otrzymuje się 17,4 części czystych kwasów sulfonowych, zaś po ekstrakcji alkoholowej—30 części kwasów sulfonowych.

Przez użycie rozpuszczalników można kwasy sulfonowe uwolnić od domieszek i, zależnie od tych rozpuszczalników, od siebie oddzielić.

Oczyszczone i oddzielone kwasy sulfonowe znajdują na skutek swoich specyficznych właściwości specjalne zastosowanie w technice.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oczyszczania i oddzielania wysokocząsteczkowych kwasów sulfonowych, znamienny tem, że ekstrahuje się wodne, rozcieńczone lub stężone alkoholowe roztwory tychże zmieszane z opiłkami drzewnymi, mączką drzewną, hydrocelulozą lub podobnemi materiałami, benzyną lub kolejno innemi rozpuszczalnikami.

2. Postać wykonania sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że kwasy sulfonowe wydziela się z roztworu benzynowego przez wyługowanie wodą, alkoholem rozcieńczonym, alkoholem stężonym lub przez zamianę przy pomocy zasad w sole.

Grigori Petroff.
Zastępca Dr. M. Goldwasser,
adwokat.