

Opublikowano dnia 20 kwietnia 1956 r.

C 01 b 21/10



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 39047

120, 21/10
Kl. 12 i, 30

Instytut Metali Nieżelaznych *)

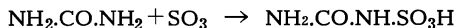
Gliwice, Polska

Sposób otrzymywania kwasu amidosulfonowego

Patent trwa od dnia 13 czerwca 1955 r.

Kwas amidosulfonowy HSO_3NH_2 znajduje ostatnio coraz szersze zastosowanie w technice, między innymi jako elektrolit do rafinacji metali, w szczególności ołowiu.

Znaczenie przemysłowe otrzymywania kwasu amidosulfonowego posiadają metody, w których jako surowce wyjściowe stosuje się mocznik, trójtlenek siarki i kwas siarkowy. Reakcja tworzenia się kwasu amidosulfonowego przebiega zasadniczo w dwóch etapach. W etapie pierwszym mocznik reaguje z trójtlenkiem siarki, tworząc kwas karbamidosulfonowy:



Etap ten przeprowadza się z reguły w niskich temperaturach, poniżej 30°C . Drugi etap po-

lega na reakcji kwasu karbamidosulfonowego z kwasem siarkowym, przy czym wydziela się kwas amidosulfonowy i dwutlenek węgla:



Reakcja ta przebiega w niskich temperaturach bardzo wolno i przyspiesza się ją przez ogrzewanie mieszaniny reakcyjnej do temperatury $50-80^\circ\text{C}$.

Przebieg tego etapu bywa niekiedy bardzo gwałtowny, przy czym temperatura samorzutnie wzrasta ponad 120°C , co może wywołać uszkodzenie aparatury i spowodować wypadki przy pracy, obniżając równocześnie wydajność produktu na skutek częściowego rozkładu.

W zależności od użytego nadmiaru kwasu siarkowego i sposobu prowadzenia procesu, otrzymuje się kwas amidosulfonowy w postaci zawiesiny w nadmiarze kwasu siarkowego lub też otrzymuje się produkt praktycznie suchy, zawierający z re-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są mgr Jerzy Adamiczka, inż. mgr Mirosław Oktawiec i mgr Alina Goliań.

guły znaczną ilość kwaśnego siarczanu amonowego oraz stosunkowo nie dużą ilość kwasu siarkowego.

Ponieważ w wielu przypadkach zawartość powyższych zanieczyszczeń jest wysoce niepożądana, np. przy elektorafinacji ołowiu, surowy kwas amidosulfonowy oczyszcza się przez krystalizację z wody. Przy tym powszechnie stosowanym sposobie oczyszczania następują znaczne straty kwasu na skutek stosunkowo niedużych różnic rozpuszczalności kwasu amidosulfonowego w zimnej i gorącej wodzie oraz dzięki szybkiemu rozkładowi hydrolytycznemu wodnych roztworów kwasu amidosulfonowego w podwyższonych temperaturach.

Sposób otrzymywania kwasu amidosulfonowego według wynalazku wyróżnia się spośród znanych sposobów prostotą technologii, wysoką wydajnością i czystością otrzymanego produktu.

Sposób według wynalazku polega na ogrzewaniu mieszaniny utworzonej z mocznika 60—70% oleum najkorzystniej oleum 65% w ilości odpowiadającej 40—60%, najkorzystniej 50% nadmiaru wolnego SO_3 w stosunku do mocznika do temperatury około 50°C w ciągu 1—2 godzin. Wydzielający się kwas amidosulfonowy zwiększa lepkość masy reakcyjnej w stopniu uniemożliwiającym burzliwy przebieg spontanicznej reakcji. Po skrzepnięciu masy ogrzewa się ją jeszcze do temperatury $80\text{--}100^\circ\text{C}$, w ciągu 1—2 godzin, co w znacznym stopniu zwiększa wydajność oraz czystość surowego kwasu amidosulfonowego. W tych warunkach zostaje również usunięty nadmiar wolnego SO_3 . Przepuszczając gazy reakcyjne przez skrubier zraszany kwasem siarkowym można odzyskać znaczną część SO_3 .

Otrzymany surowy kwas amidosulfonowy oczyszcza się przez krystalizację z niskowrzącego niższego alkoholu alifatycznego, zwłaszcza alkoholu metylowego.

Pod wpływem alkoholu oziębiona skrzepnięta masa rozpada się na łatwopłynną zawiesinę kwasu amidosulfonowego w alkoholu. Umożliwia to szybko i całkowite opróżnienia reaktora. Zawiesinę tę sączy się na filtrze próżniowym. W tych warunkach ulegają wypłukaniu przez alkohol zanieczyszczenia, resztki H_2SO_4 , SO_3 oraz znaczna część kwaśnego siarczanu amonowego. Kwas amidosulfonowy w tych warunkach rozpuszcza się tylko w minimalnym stopniu. Ze względu na dużą lotność alkoholu wysuszenie odsączonego produktu w temperaturze około $100\text{--}110^\circ\text{C}$ nie przedstawia trudności. Straty oczyszczania wynoszą około 5—6% w porównaniu do około 40% strat

występujących przy krystalizacji kwasu z wody. Otrzymuje się kwas amidosulfonowy o czystości 98%. Główną część użytego do oczyszczania kwasu amidosulfonowego alkoholu można odzyskać przez zwykłą destylację. Sposób według wynalazku prowadzi się w mieszalniku ze stali kwasoodpornej, zaopatrzonym w płaszcz wodny, mieszadło oraz dozownik mocznika. W mieszalniku ze stali kwasoodpornej zaopatrzonym w mieszadło, urządzenia chłodnicze oraz urządzenia do dawkowania mocznika umieszcza się 200 części oleum 65%, następnie dodaje się 60 części mocznika w takim tempie, by temperatura mieszaniny nie przekraczała 30°C . Po dodaniu całej ilości mocznika ogrzewa się zawartość mieszalnika powoli do temperatury około 50°C . Po ogrzewaniu zaczyna się obficie wydzielać dwutlenek węgla i z mieszaniny zaczynają wytrącać się kryształy kwasu amidosulfonowego. Po pewnym czasie następuje samorzutny wzrost temperatury mieszaniny, przy czym masa gwałtownie gęstnieje i w końcu zestala się. W celu zwiększenia wydajności przez doprowadzenie reakcji do końca ogrzewa się zawartość mieszalnika do temperatury $80\text{--}100^\circ\text{C}$ w ciągu 1—2 godzin. Po oziębieniu dodaje się 160 części alkoholu metylowego, przy czym zanieczyszczenia ulegają rozpuszczeniu, a wolny kwas amidosulfonowy pozostaje w zawiesinie. Zawiesinę kwasu amidosulfonowego sączy się na filtrze próżniowym i suszy w temperaturze $100\text{--}110^\circ\text{C}$. Wysuszony produkt w ilości około 170 części zawiera około 98% kwasu amidosulfonowego i 1—1,5% kwasu siarkowego w postaci siarczanu amonowego. Wydajność reakcji wynosi 85—90% czystego produktu w stosunku do użytego mocznika.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania kwasu amidosulfonowego przez ogrzewanie mocznika z oleum, znamienny tym, że do mocznika dodaje się 60—70% oleum, w ilości odpowiadającej 40—60% nadmiaru wolnego SO_3 w stosunku do mocznika, ogrzewa do temperatury 50°C w ciągu 1—2 godzin, a następnie po zestaleniu się masy ogrzewa się ją jeszcze w ciągu 1—2 godzin do temperatury $80\text{--}100^\circ\text{C}$, po czym uzyskany produkt przekrystalizowuje się z niskowrzącego niższego alkoholu alifatycznego i suszy.

Instytut Metali
Nieżelaznych