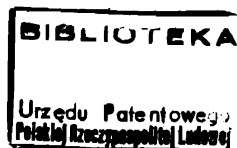


Opublikowano dnia 24 października 1962 r.

C04C 11B/40.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46350

Kl. 12 o, 23/03
Kl. internat. C 07 c

VEB Leuna — Werke »Walter Ulbricht«

Leuna, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób otrzymywania jasno zabarwionych alkilobenzenosulfochlorków o długim łańcuchu

Patent trwa od dnia 22 grudnia 1960 r.

Pierwszeństwo: 11 stycznia 1960 r.

(Niemiecka Republika Demokratyczna)

Znane jest z literatury wytwarzanie alkilobenzenosulfochlorków o długim łańcuchu na drodze sulfochlorowania alkilobenzenu lub przez bezpośrednie chlorowanie kwasu alkilobenzenosulfonowego za pomocą kwasu chlorosulfonowego.

Reakcje przebiegają następująco:

1. $R.C_6H_5 + Cl SO_3H \rightarrow R.C_6H_4 SO_3H + HCl$
(kwas alkilobenzenosulfonowy)
2. $R.C_6H_4 . SO_3H + Cl SO_3H \rightarrow R.C_6H_4 . SO_2Cl + H_2SO_4$ (alkilobenzenosulfochlerek).

Przeróbkę mieszaniny reakcyjnej prowadzi się według danych literaturowych w różny sposób. Tak np. surowy alkilobenzenosulfochlerek ekstrahuje się heksanem lub chlorowanym węglowodorem i w celu oczyszczenia wytrząsa naj-

pierw z silnym kwasem mineralnym i z alkoholem o krótkim łańcuchu. Po oddestylowaniu heksanu alkilobenzenosulfochlerek ekstrahuje się jeszcze raz mieszaniną alkohol etylowy — woda albo tylko wodą. Znane jest również wylanie surowego alkilobenzenosulfochlorku, np. toluenosulfochlorku w celu dalszej jego przeróbki, do wody z lodem. Ten sposób jest jednak nieodpowiedni do wytwarzania alkilobenzenosulfochlorków o długim łańcuchu, ponieważ rozdzielanie na alkilobenzenosulfochlerek i warstwę wodną nie przebiega w tych warunkach całkowicie.

Według znanych sposobów otrzymuje się stale produkty ciemno zabarwione, jeżeli nawet przy wytwarzaniu surowego alkilobenzenosulfochlorku

ku lub kwasu alkilobenzenosulfonowego wychodzi się z bezbarwnego alkilobenzenu.

Stwierdzono, że można otrzymywać jasno zabarwione alkilobenzenosulfochlorki, jeżeli surowy alkilobenzenosulfochlorek wytworzony w znany sposób podda się ekstrakcji ciekłym niskowrzącym węglowodorem i otrzymaną mieszaninę wyekstrahuje się wodnym roztworem alkalicznym.

Jako ciekły niskowrzący węglowodór okazała się szczególnie korzystna ligroina. Jako wodne roztwory alkaliczne można stosować ług sodowy lub potasowy lub roztwory soli reagujące zasadowo, jak roztwory węglanu sodowego, węglanu potasowego, fosforanów lub ich mieszaniny. W celu lepszego rozdzielania warstw otrzymanych po wytrząsaniu, korzystnie dodaje się do mieszaniny alkohol metylowy lub etylowy albo ich mieszaniny. Po oddestylowaniu węglowodorów niskowrzących pozostaje jasny alkilobenzenosulfochlorek i dalsze wyimywanie mieszaniną alkohol etylowy — woda albo wodą staje się zbędne.

Przykład: Do 600 g kwasu alkilobenzenosulfonowego pochodzącego z sulfonowania alkilobenzenu (reszta alkilowa około $C_{12}H_{25}$) 20%owym oleum wkrapla się w celu usunięcia resztek wody 110 g 65%-owego oleum w ciągu godziny, silnie mieszając. Tak otrzymaną mieszaninę miesza się przez godzinę i po około 12 godzinnym pozostawieniu w spokoju oddziela wydzielony w dolnej warstwie kwas siarkowy. Pozostały kwas alkilobenzenosulfonowy wprowadza się następnie w ciągu 3/4 godziny w temperaturze 20—30°C do 455 g kwasu chlorosulfonowego, mieszaninę energicznie mieszając ogrzewa do temperatury 40°C i następnie miesza dalej jeszcze 2 godziny bez doprowadzania ciepła, przy czym produkt powoli oziębia się. Po około 16 godzinnym odstaniu powstają 2 warstwy, z których dolna zawiera kwas siarkowy, kwas alkilobenzenosulfonowy i nie prze-reagowany kwas chlorosulfonowy, podczas gdy górna warstwa zawiera alkilobenzenosulfochlorek. Dolną warstwę oddziela się, a pozostały

alkilobenzenosulfochlorek rozpuszcza w 600 ml ligroiny i wytrząsa z 600 ml 5%-owego ługu sodowego. W celu osiągnięcia dokładnego rozdzielania dwóch warstw otrzymanych po wytrząsaniu, dodaje się jeszcze 200 ml alkoholu etylowego. Dolną wodną warstwę, do której przechodzi większa część alkoholu etylowego oddziela się, a mieszaninę ligroina-alkilobenzenosulfochlorka miesza się z siarczanem sodowym w celu usunięcia resztek wody, względnie sączy z nad siarczanu sodowego. Ligroinę i resztki alkoholu etylowego oddestylowuje się w końcu. Jako pozostałość otrzymuje się 380 g żółtozabarwionego alkilobenzenosulfochlorku, o liczbie barwy 10.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania jasno zabarwionych alkilobenzenosulfochlorków o długim łańcuchu przez sulfochlorowanie alkilobenzenu lub przez bezpośrednie chlorowanie kwasu alkilobenzenosulfonowego za pomocą kwasu chlorosulfonowego, znamienny tym, że otrzymane surowe alkilobenzenosulfochlorki ekstrahuje się ciekłymi niskowrzącymi węglowodorami, a uzyskaną mieszaninę ekstrahuje wodnymi roztworami alkalicznymi, po czym oddestylowuje się niskowrzące węglowodory.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako ciekłe niskowrzące węglowodory stosuje się ligroinę.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że jako wodny roztwór alkaliczny stosuje się 5—10%-wy ług sodowy.
4. Sposób według zastrz. 1—3, znamienny tym, że ekstrakcję za pomocą wodnych roztworów alkalicznych przyspiesza się przez dodatek alkoholu metylowego lub etylowego albo ich mieszaniny.

V E B Leuna-Werke „Walter Ulbricht”

Zastępca: mgr Józef Kamiński
rzecznik patentowy