

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

67 169

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12o,23/03

Zgłoszono: 23.IV.1969 (P 133 110)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 147/00

Opublikowano: 5.VII.1973

UKD

Współtwórcy wynalazku: Zbigniew Leszczyński, Halina Leszczyńska,
Hersz Lichtensztejn

Właściciel patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

Sposób jednoczesnego otrzymywania dwumetylosulfotlenku i dwumetylofenylokarbinolu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób jednoczesnego otrzymywania dwumetylosulfotlenku i dwumetylofenylokarbinolu.

Znane są metody otrzymywania dwumetylosulfotlenku przez utlenianie siarczku dwumetylowego roztworem nadtlenu wodoru lub tlenkami azotu.

Metoda utleniania siarczku dwumetylowego tlenem lub powietrzem w obecności tlenków azotu w fazie gazowej lub ciekłej jest najpowszechniej stosowana w przemyśle. Metoda ta ma jednak wiele istotnych wad. Do najpoważniejszych zaliczyć należy powstawanie mieszanin wybuchowych przy pracy w fazie gazowej, toksyczność, silnie korozyjne środowisko oraz rozbudowana aparatura i dość złożony proces technologiczny, związany z koniecznością regeneracji i zawrotu tlenków azotu. Występują również nieuniknione straty tlenków azotu powodujące zanieczyszczenie powietrza.

Metoda utleniania przy użyciu nadtlenu wodoru umożliwia otrzymywanie preparatu o wysokiej czystości, cechuje się nieskomplikowaną aparaturą i technologią oraz bezpiecznymi warunkami pracy. Metoda ta nadaje się jedynie do otrzymywania dwumetylosulfotlenku do celów farmaceutycznych i innych celów specjalnych, gdzie koszt nie odgrywa decydującej roli a niezbędne jest zachowanie czystości produktu.

Sposób według wynalazku polega na utlenianiu siarczku dwumetylowego za pomocą wodoronadtlenku izopropylbenzenu lub jego roztworów. Pro-

2

ces prowadzi się w środowisku alkalicznym w granicach pH 7 — 11, najkorzystniej przy pH wynoszącym około 9, w temperaturze 0 — 80°C, najkorzystniej w zakresie 15 — 30°C pod ciśnieniem atmosferycznym lub zwiększonym, nie przekraczającym jednak 5 at. Z uwagi na egzotermiczność reakcji utleniania, uzyskane ciepło w trakcie procesu odprowadza się przeponowo. Z mieszaniny poreakcyjnej ekstrahuje się wodą powstały dwumetylosulfotlenek, po czym otrzymany wodny roztwór dwumetylosulfotlenku poddaje się destylacji. Powstały w roztworze poekstrakcyjnym jako główny składnik dwumetylofenylokarbinol wydziela się z roztworu przez destylację próżniową lub wymrażanie. Roztwór ten może być również stosowany w całości jako odczynnik flotacyjny. Zaletą sposobu według wynalazku jest prostota procesu technologicznego i stosowanej aparatury a poza tym możliwość jednoczesnego otrzymywania dwóch cennych produktów chemicznych.

Przykład I. Do 30 kg siarczku dwumetylowego dodaje się 2 l wodnego roztworu amoniaku o pH=9, po czym wprowadza się powoli, przy intensywnym mieszanii 100 kg roztworu wodoronadtlenku izopropylbenzenu w izopropylbenzenie w temperaturze 15°C i pod ciśnieniem atmosferycznym. Po przeprowadzeniu reakcji utleniania ekstrahuje się otrzymany dwumetylosulfotlenek z organicznej mieszaniny poreakcyjnej za pomocą trzech kolejnych porcji wody wynoszących odpo-

wiednio 40, 20 i 20 kg. Połączone ekstrakty poddaje się destylacji w wyniku czego otrzymuje się dwumetylosulfotlenek. Pozostałość po ekstrakcji jest gotowym produktem lub poddaje się ją destylacji próżniowej lub wymrażaniu celem otrzymania czystego dwumetylofenylokarbinolu.

Przykład II. Do 30 kg siarczku dwumetylowego dodaje się 2 l wodnego roztworu amoniaku o pH 9, po czym wprowadza się powoli, przy intensywnym mieszanii 100 kg roztworu wodoronadtlenku izopropylobenzenu w izopropylobenzenie w temperaturze 30°C i pod ciśnieniem atmosferycznym. Dalej postępuje się jak w przykładzie I.

Przykład III. Do 30 kg siarczku dwumetylowego dodaje się 2 l wodnego roztworu amoniaku o pH=9, po czym wprowadza się powoli, przy intensywnym mieszanii 100 kg roztworu wodoronadtlenku izopropylobenzenu w izopropylobenzenie w temperaturze 80°C i pod ciśnieniem 5 at. Dalej postępuje się jak w przykładzie I.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób jednoczesnego otrzymywania dwumetylosulfotlenku i dwumetylofenylokarbinolu przez utlenianie siarczku dwumetylowego, **znamienny tym**, że utlenianie prowadzi się za pomocą wodoronadtlenku izopropylobenzenu, w środowisku alkalicznym w zakresie pH 7 — 11, w temperaturze 0 — 80°C, pod ciśnieniem atmosferycznym lub zwiększonym ale nieprzekraczającym 5 at, po czym powstały w wyniku reakcji dwumetylosulfotlenek oddziela się z mieszaniny poreakcyjnej w znany sposób przez ekstrakcję wodą i wodny roztwór dwumetylosulfotlenku poddaje się destylacji, a z roztworu poekstrakcyjnego wydziela się dwumetylofenylokarbinol przez destylację próżniową lub wymrażanie.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces prowadzi się przy jednoczesnym przepływem odprowadzaniu ciepła reakcji.